# 陸水モニタリング手引き書

（初版）

平成１７年２月

環境省地球環境局環境保全対策課

(財)日本環境衛生センター 酸性雨研究センター

＜目　次＞

Ⅰ　陸水モニタリングの手引き　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・1

1．　概要　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・1

2．　モニタリング地点の選定　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・2
2．1　試料採取地点　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・2
2．1．1　リモートサイト　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・2
2．1．2　ルーラルサイト　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・2
2．1．3　発生源と汚染源からの最小距離　・・・・・・・・・・・・・・・・2
2．2　湖沼に関する情報の収集　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・3
2．2．1　湖沼の特徴　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・3
2．2．2　湖沼の生物　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・4
2．2．3　底質　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・4
2．2．4　集水域　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・4
2．3　調査湖沼の選定　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・6
2．3．1　調査湖沼の選定基準　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・6
2．3．2　調査対象河川と湧水の基準　・・・・・・・・・・・・・・・・・・7
2．4　水域の状況の記録　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・7
3．　採水地点および採水時期の代表性調査　・・・・・・・・・・・・・・・7
3．1　湖沼の水質調査地点　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・8
3．2　湖沼の水質調査深度　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１０
3．3　底質の測定点　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１０
3．4　河川，湧水の水質測定点　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１０
3．5　水質測定地点選定における留意事項　・・・・・・・・・・・・・・・１１
4．　モニタリングの頻度および測定項目　・・・・・・・・・・・・・・・１１
4．1　モニタリングの頻度　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１１
4．1．1　水質調査の頻度　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１１
4．1．2　底質調査の頻度　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１１

４．２　測定項目　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１２
４．２．１　現地における測定項目　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１２
４．２．２　実験室における測定項目　・・・・・・・・・・・・・・・・・・１２
５．　試料採取と現地における測定　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１２
５．１　試料採水と運搬・保管方法　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１２
５．１．１　試料採水時期　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１２
５．１．２　試料採水容器　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１３
５．１．３　試料採水方法と運搬およびろ過処理　・・・・・・・・・・・・１３
５．１．４　試料の保管　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１５
５．２　現地における測定　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１５
５．３　底質試料の採取と保管　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１７

６．　分析　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１９
６．１　分析の概要　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・１９
６．２　分析に使用する純水と標準溶液，標準試料　・・・・・・・・・・・２１
６．３　分析機器の使用前確認と調整　・・・・・・・・・・・・・・・・・・２１
６．４　分析方法　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・２３
６．４．１　ｐＨ　(JIS K 102 12)　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・２３
６．４．２　ＥＣ（電気伝導率）(JIS K 102 13)　・・・・・・・・・・・・２５
６．４．３　アルカリ度(上水試験法Ⅳ-1 14)・・・・・・・・・・・・・・２７
６．４．４　イオンクロマトグラフによる多成分分析　・・・・・・・・・・２８
６．４．４．１　陽イオン類　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・２８
６．４．４．２　陰イオン類　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・３０
６．４．５　アンモニウムイオン　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・３２
６．４．５．１　インドフェノール青吸光光度法（JIS K 0102 42.2）　・・３２
６．４．５．２　イオンクロマトグラフ法（河川水質試験方法 53.2.4.4）・３４
６．４．６　カルシウム　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・３５
６．４．６．１　イオンクロマトグラフ法　（河川水質試験方法 41.3.3）　・３５
６．４．６．２　フレーム原子吸光光度法（JIS K 0102 50.2）　・・・・・３５
６．４．７　ナトリウム　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・３７
６．４．７．１　イオンクロマトグラフ法（河川水質試験方法 39.3.3）・・３７
６．４．７．２　フレーム原子吸光光度法（JIS K 102 48.2）　・・・・・３７
６．４．８　マグネシウム　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・３８
６．４．８．１　イオンクロマトグラフ法（河川水質試験方法 42.3.3）・・３８
６．４．８．２　フレーム原子吸光光度法（JIS K 0102 51.2）・・・・・３８
６．４．９　カリウム　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・４０
６．４．９．１　イオンクロマトグラフ法（河川水質試験方法 40.3.3）・・４０
６．４．９．２　フレーム原子吸光光度法（JIS K 0102 49.2）・・・・・４０
６．４．１０　全アルミニウム　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・４１
６．４．１０．１　フレーム原子吸光光度法（JIS K 0102 58.2）・・・・・４１
６．４．１０．２　フレームレス原子吸光光度法（上水試験法Ⅳ-3 6.2）・・４２
６．４．１０．３　ＩＣＰ発光分析法（JIS K 0102 58.4）・・・・・・・・４２

６．４．１０．４　キノリノール吸光光度法（JIS K 0102 58.1）・・・・・・４４
６．４．１１　硝酸イオン・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・４７
６．４．１１．１　イオンクロマトグラフ法（上水試験法Ⅳ-2 11.2）・・・・４７
６．４．１１．２　銅カドミウムカラム還元ーナフチルエチレンジアミン
吸光光度法（JIS K 0102 43.2.3）・・４７
６．４．１２　亜硝酸イオン・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・４９
６．４．１２．１　イオンクロマトグラフ法（上水試験法Ⅳ-2 10.2）・・・・４９
６．４．１２．２　ナフチルエチレンジアミン
吸光光度法（JIS K 0102 43.1.1）・・４９
６．４．１３　硫酸イオン・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・５１
６．４．１３．１　イオンクロマトグラフ法（上水試験法Ⅳ-2 6.2）・・・・５１
６．４．１３．２　比濁法（クロム酸バリウム吸光光度法）
（JIS K 0102 41.1）・・・５１
６．４．１４　塩化物イオン・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・５３
６．４．１４．１　イオンクロマトグラフ法（上水試験法Ⅳ-2 3.2）・・・・５３
６．４．１４．２　硝酸銀滴定法（JIS K 0102 35.1）・・・・・・・・・・５３
６．４．１５　りん酸イオン・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・５５
６．４．１５．１　モリブデン青（アルコルビン酸還元）
吸光光度法（JIS K 0102 46.1.1）・・・５５
６．４．１６　溶解性有機態炭素(DOC)・・・・・・・・・・・・・・・・・５６
６．４．１６．１　燃焼酸化ー赤外線式 TOC 自動計測法(JIS K 0102 22.2)・・５６
６．４．１６．２　湿式酸化法(JIS K 0102 22.2 備考 4)・・・・・・・・・５６
６．４．１７　化学的酸素要求量(COD) (JIS K 0102 17)・・・・・・・・・５７
６．４．１８　クロロフィル量(上水試験法Ⅳ-4 20)・・・・・・・・・・５９
６．４．１８．１　試料の採取および保管・・・・・・・・・・・・・・・５９
６．４．１８．２　SCOR／UNESCO 法（アセトン抽出による吸光光度法）・・・５９

７．　底質の分析・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・６１
７．１　間隙水化学分析の前処理・・・・・・・・・・・・・・・・・・６１
７．２　分析・定量・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・６１
７．３　留意事項・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・６２

８．　測定データのまとめ方・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・６３
８．１　有効試料の判定・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・６３
８．２　数値の丸め方・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・６８
８．３　異常値，欠測値の取扱い・・・・・・・・・・・・・・・・・６９

９．　結果の報告・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・７０
９．１　報告内容・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・７０
９．２　報告書式および様式・・・・・・・・・・・・・・・・・・・７１

１０．　ＱＡ／ＱＣ活動の実施　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・７８
１０．１　試料採取，分析に関する責任者の明確化・・・・・・・・・・７８
１０．２　標準作業手順書（ＳＯＰ）の作成　・・・・・・・・・・・・７８
１０．３　データ管理における精度保証　・・・・・・・・・・・・・・７８
１０．４　酸性雨研究センターのＱＡ／ＱＣ活動　・・・・・・・・・・７８
１０．４．１　分析精度管理調査の実施　・・・・・・・・・・・・・・７９
１０．４．２　監査の実施　・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・７９

# Ⅰ　陸水モニタリングの手引き

## １．概要

酸性雨は欧米等において、湖沼や森林等の生態系に深刻な影響を与え、地球規模の環境問題の一つとして国際的にも関心を集めている。我が国においても、酸性雨の実態解明と被害の未然防止を目的として、昭和 58（1983）年から酸性雨対策調査が開始された。

また、東アジア地域においては、急速な経済成長に伴う硫黄酸化物等の排出量の急増により、将来的に酸性雨による影響が懸念されていることから、東アジア地域における協同の取り組み（モニタリングの統一化）が急務となっている。この取り組みの第一歩として、平成 5（1993）年度から「東アジア酸性雨モニタリングネットワーク（EANET）構想」を提唱し、平成 10（1998）年より東アジア 10 カ国とともに EANET 試行稼働を開始し、平成 13（2001）年 1 月より本格稼働を開始したところである。

この「陸水モニタリング手引書」は、第 2 回東アジア酸性雨モニタリングネットワークに関する専門家会合（平成 7(1995)年 2 月開催）において採択された「東アジア酸性雨モニタリングネットワークモニタリングガイドライン」及び「同技術マニュアル」等を基に、専門家や地方自治体の調査担当者の意見等を踏まえて作成したものである。

本手引書は、各地方自治体をはじめ、陸水モニタリングを実施される機関において、広く適用されることを期待するものである。なお、その後の科学的知見の蓄積や社会的状況の変化を踏まえ、適宜見直すこととする。

## ２．モニタリング地点の選定

### ２．１　試料採取地点

陸水試料の採取は、可能な限り、「土壌・植生モニタリング手引書（平成１５年３月：環境省地球環境局環境保全対策課，（財）日本環境衛生センター酸性雨研究センター）」に基づいて行われる、土壌・植生モニタリングと同一地域で実施するものとし、特に酸性雨によって悪影響を受ける、もしくは受けやすい（湖沼水のアルカリ度，電気伝導率（以下ＥＣとする）が低いことが目安）地点において実施するものとする。試料採取地点は、調査目的に応じ、リモートサイト及びルーラルサイトの２種類に分類される。これらのいずれかに明確に区分される１地点以上で、試料を採取する。

### ２．１．１　リモートサイト

リモートサイトは、バックグラウンド地域における酸性降下物の影響を評価することを目的に設定する。発生源および汚染源からの局地的影響が最小限にとどめられる地域に設定することが必要である。したがって、リモートサイトは、都市，火力発電所，大工場などの主要な固定発生源や、高速道路，港湾，鉄道などの主要な移動発生源から十分な距離を保って設定する。なお、モニタリングデータは、酸性物質の東アジア地域における長距離輸送モデルの評価にも使用することが可能である。

### ２．１．２　ルーラルサイト

ルーラルサイトは、田園地区や都市の背後地における酸性降下物の影響を評価することを目的に設定する。発生源および汚染源からの局地的な影響をできる限り避けられる地域に設定することが必要である。したがって、ルーラルサイトは、主要な固定発生源や移動発生源から一定の距離を保ち、それらの影響をできるだけ受けにくい地域内に設定する。なお、モニタリングデータは、農産物や森林に対する酸性雨の影響評価に使用することができる。また、酸性物質の長距離輸送や沈着モデルの評価にも使用することが可能である。

### ２．１．３　発生源と汚染源からの最小距離

１）都市、火力発電所、高速道路などの大排出源から 50㎞ 以内の地域は、リモートサイトから除外する。

２）大排出源から 20㎞ 以内の地域は、ルーラルサイトから除外する。

３）主要道路（走行台数が１日 500 台以上）から 500m 以内の地域は、リモートサイトおよびルーラルサイトから除外する。

## ２．２　湖沼に関する情報の収集

モニタリング湖沼を選定するにあたっては、まず、水面積が 1ha 以上の湖沼(人工ダム湖を含む)のリストを作成する。リストにあげられた湖沼について、湖沼の特徴，生物，底質およびその集水域の状況等、過去から現在までの情報を可能な範囲で収集・整理する (表－２．１参照)。　また、湖沼の現状を把握する上で、カラー写真などがあれば望ましい。なお、情報の収集にあたっては、地元自治体や湖沼管理者等の協力を得ることが望ましい。

### ２．２．１　湖沼の特徴

| |
|---|
| 湖沼の情報を収集・整理する。 |

(解説)

湖沼の特徴については、以下の情報を可能な範囲で収集・整理する。

１）諸元（所在地と位置，地形，標高，成因，面積，汀線の長さ）
２）湖沼の水文学的なタイプ（浸透，閉鎖，排出水，貯水池等）
３）湖沼の型（調和型，腐植栄養型，酸栄養型）
４）湖沼の栄養タイプ（OECD 基準　表－２．２参照）またはその他の基準による貧栄養，中栄養，富栄養，過栄養）
５）水深（平均・最大），水量，水深図の収集による湖沼の容量の把握
６）湖沼および集水域の気象データの収集と整理（水位変動，降水量，日射量，平均風速，風向別の風速）
７）水の滞留時間
８）利水状況（灌漑，家庭用水，発電，魚養殖，観光，その他）
９）水質：水温，ｐＨ，ＥＣ，透明度，水色，アルカリ度，溶存酸素，ＤＯＣ
（溶解性有機態炭素)，ＣＯＤ(化学的酸素要求量)，
陽イオン(アンモニウムイオン，ナトリウムイオン，カルシウムイオン，
マグネシウムイオン，カリウムイオン，アルミニウムイオン)，
陰イオン(硫酸イオン，硝酸・亜硝酸イオン，塩化物イオン，りん酸イオン)

### ２．２．２　湖沼の生物

湖沼の生物についての情報を収集･整理する。

(解説)

湖沼の生物に関する情報について、以下の項目を可能な範囲で収集・整理する。

１）　クロロフィルａ

２）　植物プランクトン，動物プランクトン（優占種の生物量）

３）　魚類および底生生物のバイオマス

４）　植物プランクトンの一次生産力

### ２．２．３　底質

底質についての情報を収集・整理する。

(解説)

湖沼底質の、現状および過去からの湖沼をとりまく環境の変遷等を把握するため、以下の情報を可能な範囲で収集・整理する。

１）　物理的特性（底泥の粒径，含水率，色，臭い）

２）　化学的特性（Ｅｈ（酸化還元電位），ＤＯＣ，硫酸イオン，硝酸イオン）

３）　湖沼環境の変遷（堆積速度，硫酸塩の硫黄成分の同位体比，プランクトン（珪藻））の種構成。

### ２．２．４　集水域

集水域についての情報を収集する。

集水域について、以下の情報を可能な範囲で収集・整理する。

１）　面積，標高，地形図，表面地質，土壌型，植生，土地の利用状況

２）　人口

３）　流入・流出河川の数と流量

４）　湧水および地下水の数，流量，水質

**表－２．１　湖沼に関する情報　（例）**

湖沼名：　伊自良湖　（池）

湖沼の特徴

国名：　日本

所在地：　岐阜県，北緯 35 度 34 分，東経 136 度 56 分，添付図を参照

標高：　海抜　110m

成因：　人工湖（ダム湖）

面積/形状：　0.1ｋｍ$^2$，添付図を参照

汀線の長さ：　1.8ｋｍ

湖沼の水文学的タイプ：　ダム湖

湖沼の栄養型：　貧栄養－中栄養

水深：　（平均、最大）：　5.4m，10.9m

水量：　540×10$^3$m$^3$

年間水位変動：　0－740mm（平均 220mm）

降水量：　年平均 1985mm（1983－1988 年）

日射量：　日照時間　月平均 173 時間（1983－1988 年）

風速（平均、優占）：　1.8－2.8m/s

風向（優占）：　南東，南(夏)　北西，北(冬)

水の滞留時間：　23 日

水利用：　灌漑，観光，魚釣り

表面水の水質（湖の中心）

サンプルの採取日：　1990 年 10 月 12 日（循環湖）

水温：　17.9℃

pH：6.8，EC（電気伝導率）：3.2mS/m，透明度：2.3m，アルカリ度：0.102meq/L，

溶存酸素：8.0－12.7mg/L（1989），COD：1.4mg/L

$NH_4^+$：0.01mg/L，$Na^+$：1.554mg/L，$Ca^{2+}$：2.164mg/L，$Mg^{2+}$：1.124mg/L，

$K^+$：0.284mg/L，$Al^{3+}$：0.034mg/L 以下

$SO_4^{2-}$：　4.294mg/L，$NO_3^-$：　1.384mg/L，$Cl^-$：1.824mg/L，$PO_4^{3-}$：0.014mg/L 以下，

Chl－ａ：　8.6μg/L

表面水中のプランクトン種（湖心）

1989.10：　*Asterionella formosa, Melosira itarica, Sphaerocystis schroeteri, Cyclotella kuetzingiana, Dinobryon cylindrica, Diaptomidae*

1990.10：　*Chlorophyceae, Mallomonas sp., Chlamydomonas sp., Bosmina sp.*

底質

水分：　42.6%，強熱減量：　11.8%

特徴：　灰色がかった粘土、粒子の大きさ：　0.074mm以下（72%wt）

底生生物：　*Tubifex sp., Chironomus sp.*

流域

面積：　5.4ｋｍ$^2$

標高と地形：　海抜 110－696m

表面地質：　褐色森林土壌

土地利用：　森林（99.6%）

植生：　針葉樹（アカマツ，ヒノキ，スギ），一部は広葉樹－アカマツ混交林

人口：　なし

流入流出河川の数と流量：　流入河川２：8300×10$^3$m$^3$/年

地下水：　(湧水なし：年間揚水量 4m$^3$/年の井戸１ヶ)

データ出所：　岐阜県（1989，1990），村瀬ら（1990，1991）

表－２．２　栄養レベルに基づく調和型湖沼の分類（OECD，1982）

| 区　分 | TP　mg/m³ | クロロフィルａ　mg/m³ | | 透明度　m | |
|---|---|---|---|---|---|
| | | 平均 | 最大 | 平均 | 最小 |
| 極貧栄養 | ≦4.0 | ≦1.0 | ≦2.5 | ≧12.0 | ≧6.0 |
| 貧栄養 | ≦10.0 | ≦2.5 | ≦8.0 | ≧6.0 | ≧3.0 |
| 中栄養 | 10～35 | 2.5～8 | 8～25 | 6～3 | 3～1.5 |
| 富栄養 | 35～100 | 8～25 | 25～75 | 3～1.5 | 1.5～0.7 |
| 過富栄養 | ≧100 | ≧25 | ≧75 | ≦1.5 | ≦0.7 |

## ２．３　調査湖沼の選定

調査湖沼は、事前にリストアップされた湖沼の中から、潜在的に酸性化に敏感な調和型湖沼とする。調和型湖沼を選定できない場合には、代わりに腐植栄養状態の湖沼を選定しても良い。（ただしこの場合、より適切なモニタリング方法について、さらに検討されなくてはならない。）さらに適当な湖沼がない場合は、人為的な影響の少ない河川または湧水を調査対象として選定する。

また調査湖沼は、水深 10m 以内，水の滞留時間 1 年以内，湖面積 1ha 以上でアルカリ度が低い（0.2meq/L 以下）もしくはＥＣが低い（10mS/m 以下），人為的な水質汚染が少ない，および湖面を水生生物が覆っていないことが望ましい。

### ２．３．１　調査湖沼の選定基準

調査湖沼は、潜在的に酸性化に敏感な調和型湖沼を選定することが望ましい。

(解説)

調査湖沼は、生物に必要な条件が適度であり、全生産や部分生産が正常で調和的な調和型湖沼が望ましい。

１）調和型湖沼の確認については、収集されたクロロフィルａ，透明度，全りん濃度の結果を、表－２．２の OECD による湖沼の栄養度区分と照らし合わせることで、ある程度の目安をたてることができる。

２）酸性雨による影響をとらえる視点から、調和型湖沼のうち潜在的に酸性化に敏感であると考えられる湖沼を選定することが望ましい。この場合、資料収集や予備予測調査で得られた結果から、アルカリ度が低いこと（0.2meq/L 以下）がおおまかな目安となる。なお、調和型湖沼がない場合は代わりに腐植栄養状態の湖沼もしくは河川を選定するが、この場合は、より適切なモニタリング方法を検討すべきである。

### ２．３．２　調査対象河川と湧水の基準

| |
|---|
| 地域内に適当な湖沼がない場合には、人為的な影響の少ない河川または湧水を選定する。 |

(解説)

地域内に適当な湖沼がない場合には、河川または湧水を選定する。この場合、採水地点の上流部で、森林伐採，焼き田，農耕などの行為があまり行われておらず、将来も行われる見込みがないところ、可能であれば自然保護地域が望ましい。なお、調査時に流量の測定を行うことが望ましい。

### ２．４　水域の状況の記録

選定された湖沼などの特徴を示す情報、湖沼生物、湖沼堆積物および集水域についての情報を記録し評価すること。

## ３．採水地点および採水時期の代表性調査

採水は水域を代表する地点において行う必要があることから、対象水域の中心地点を含む複数地点（湖沼の場合は湖心を含む５地点以上）の表層水について、調査開始後、半年以内に関連する調査項目を分析し、湖心１ヵ所の表層水で湖全体の水質を代表させることができるかを確かめる。島があるなどのため湖心で採水できない場合は、代表地点を決定するにあたって詳細な調査が必要となる。採水は、年４回（四季）以上行われる必要があることから、経月変化、経時変化に関するデータの収集に努めるものとする。これらの調査は、当面、現地での水温、ＥＣの測定などで代用できるものとする。

## ３．１　湖沼の水質調査地点

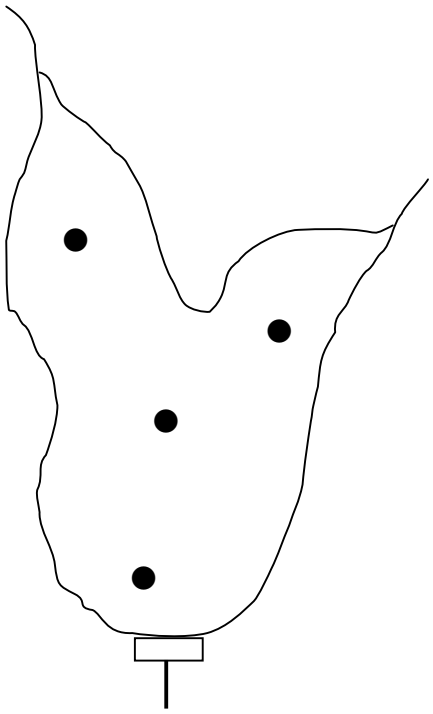
湖沼の水質調査地点は湖心１ヶ所(水域全体を代表するような地点)とする。

（解説）

湖沼の水質調査地点はその水域に対する酸性雨の影響を適切に把握できる地点とし、湖心を基本とする。なお、①対象湖沼の形状が複雑　②流入出河川の影響がある場合などは事前に詳細な調査を行い、湖沼水質のほぼ全体を把握した上で調査地点を選定することが望ましい。

（参考）

詳細調査地点の選定にあたっては、湖沼の水理条件を十分に考慮する。湖沼を天然湖と人工湖に分けて考えれば、湖盆形態や滞留時間にもよるが、一般に、天然湖では吹送流などに起因する循環流が認められることが多く、また、人工湖では河川の流下方向への一様流が支配的であることが多い。従って後者のような場合は、流下方向にそって湖沼全体で何地点かを選べばよいが、前者のような場合は循環流の大きさに応じてそれぞれ１～３地点を個々の水塊を代表する地点として選ぶようにする。（図－３．１参照）



**図－３．１　調査地点の決め方(湖沼環境調査指針：1982)**

詳細調査地点として選ぶべき地点を具体的に以下に記す。

まず、どのような場合においても次のような地点は、必ず調査地点とする。

１）湖心や最深部

２）主要流入河川が流入した後、十分に混合する地点

３）湖水が流出する地点

この他、特に水質調査などに関しては、次のような地点も詳細調査地点として選ぶことが考えられる。

４）湖水を取水する地点

５）湖内において温泉水や湧水が流入する地点

以上に述べたことを考慮しながら、１つの調査対象湖沼についておよそ１～４地点を詳細調査地点として設定する。天然湖および人工湖についての詳細調査地点数のごく大まかな目安を、表－３．１に示す。

人工湖などでよく見られるように、流入部がいくつかの枝節に分岐していて、それぞれに独立した水塊を形成しているような場合は、各枝節水塊毎に調査地点を設定する。また、特殊な形態の湖沼については、貯水域の長さや流入河川水の混合の度合いを考慮して詳細調査地点を選ぶようにする。これらの地点における調査結果をもとに湖内の状況を検討し、酸性降下物による影響を把握する上で湖沼の水域全体を代表する地点を選定する。

**表－３．１　　調査地点数**

(a) 天然湖

| 主要な水塊の数 | 地点数 |
|---|---|
| 1 | 1～3 |
| 2 | 2～4 |
| 3 | 3～4 |
| 4＜ | 4 |

(b) 人工湖

| 主要な流入河川の数 | 地点数 |
|---|---|
| 1 | 1～2 |
| 2 | 2～3 |
| 3＜ | 3～4 |

## ３．２　湖沼の水質調査深度

表層水及び底層水を採取する。

(解説)

酸性降下物による影響を適切に把握できる深度とし、表層及び底層を基本とする。なお、水面より 500㎜ 程度の深さまでを表層、湖底直上 1m 程度の深さを底層とする。ただし、底層については、天候及び季節により湖底付近の状況が変化している可能性があるため、湖底の泥を巻き上げない程度の深さとし、調査者の判断にまかせるものとする。

(参考)

採水は表層水及び底層水を基本とするが、事前に鉛直方向の水質変化を把握するための詳細調査を行い、湖内の状況を把握することが望ましい。詳細調査深度は水温の鉛直分布および透明度を考慮して決定する。一般に循環期には少ない点でもよいが、成層期には鉛直方向の変化が明らかになるように多くの点を取ることが望ましい。

## ３．３　底質の測定点

水質調査地点と同じ湖心（水域全体を代表するような地点）とする。

(解説)

湖心での採泥が不可能な場合には、作業の安全性及び湖底状態などを考慮して採泥場所を決定する。

## ３．４　河川・湧水の水質測定点

流れの中央（流心）で表面水を直接採取する。

(解説)

河川・湧水の水質測定にあたっては、流れの中央（流心）で表面水を直接採取する。

### ３．５　水質測定地点選定における留意事項

周辺環境の変化による影響のない地点を選定する。

(解説)

酸性雨の影響の経年的な変化や傾向を見るためには、長期間継続して調査を行う必要がある。このため測定地点としては、周辺土地利用等、周辺環境の変化が水質に影響を及ぼす見込みのない地点を選定する。

## ４．　モニタリングの頻度および測定項目

### ４．１　モニタリングの頻度

#### ４．１．１ 水質調査の頻度

水質調査の頻度は、原則として、年４回とする。

(解説)

水質調査の頻度は、原則として年４回とし、表－４．１に示すように、季節毎に各１回とする。

なお、冬季に積雪などの理由で調査が不可能な場合には、降雪、融雪、および湖面の凍結、融解などを考慮して調査時期を決定する。

**表－４．１　試料の採取月**

| 採 取 時 期 | 推　奨　月 |
|---|---|
| 春 | 4～5 月 |
| 夏 | 7～8 月 |
| 秋 | 10～11 月 |
| 冬 | 1～2 月 |

#### ４．１．２　底質調査の頻度

底質調査の頻度は原則として、５年に１回とする。

(解説)

底質調査の頻度は原則として５年に１回とし、採取時期は秋頃（10 月～11 月）とする。

## ４．２　測定項目

### ４．２．１　現地における測定項目

現地における測定項目は、ｐＨ，ＥＣ，気温，水温，透明度，水の色などの外観とし、その記録を別に示す現地調査表に記す。これらの測定は**５．２　現地における測定**に従う。なお、ｐＨ及びＥＣの測定については、現地で測定するほかに、試料を実験室に持ち帰り25℃±0.5℃の恒温槽内で測定する。これは、ｐＨ及びＥＣの測定は25℃での測定を原則とし、これをもとに精度管理（ＱＣ）を行うためである。

### ４．２．２　実験室における測定項目

年４回の必須測定項目として、ｐＨ，ＥＣ，アルカリ度，硫酸イオン，硝酸イオン，塩化物イオン，アンモニウムイオン，ナトリウムイオン，カリウムイオン，カルシウムイオン，マグネシウムイオン，クロロフィルａ（Chl-a）の各濃度を測定する。

年１回の必須項目としては、透明度、外観（水色）、溶解性有機態炭素（以下ＤＯＣとする）（測定不可能な場合は化学的酸素要求量（以下ＣＯＤとする）でも可）、亜硝酸イオン及びりん酸イオンの各項目を測定する。

## ５．試料採取と現地における測定

### ５．１　試料採水と運搬・保管方法

試料採水は水域を代表する１ヶ所の表層水を清浄なポリエチレン製のバケットもしくは柄杓（ひしゃく）を用いて行い、同一地点で２試料を採取する（２試料測定）。試料採取地点から分析機関への試料の輸送は、冷暗状態となるように保冷剤を入れたクーラーボックス等を用いて行うものとする。

### ５．１．１　試料採水時期

湖沼における採水は、降雨時及び降雨後の増水等によって、流入河川から濁水が流入する場合があるため、この時期を避けて実施する。

また、水深の浅い湖沼では風による底泥の舞い上がりによる影響をうけるため、強風時及び強風後の採水は避けるものとする。採水地点が調査毎に異なることのないように、可能であれば、調査地点にブイなどを設置することが望ましい。河川、湧水についても、降雨時及び降雨後の増水時の採水は避ける。

### ５．１．２　試料採水容器

試料採水容器は適当な容量のポリエチレンもしくはポリプロピレン製のビンを用いる。なお、 試料水を入れる容器はイオン交換水等で洗浄し乾燥させておく。

### ５．１．３　試料採水方法と運搬およびろ過処理

| |
|---|
| 試料採水後、ｐＨ，ＥＣ，アルカリ度、COD 以外の化学成分を分析するための試料水は、ろ過処理を行う。 |

（解説）

図５．１に採水から分析までの手順を示す。採水する試料水で１～２回共洗いを行った後、満杯になるように採取し蓋をする。

| |
|---|
| 底層水は、バンドン採水器またはハイロート採水器等を使用して採取する。 |

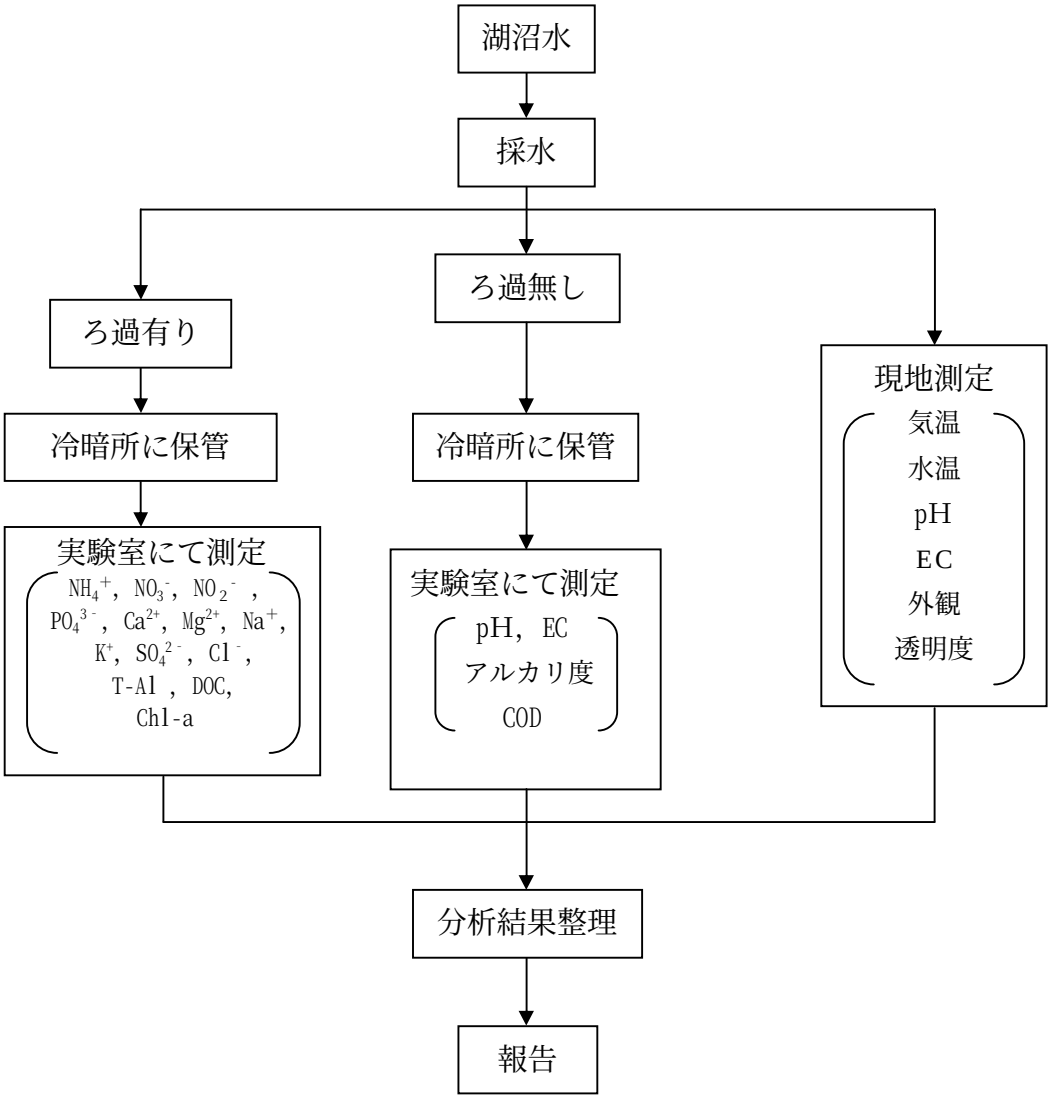
（解説）

底層水を保存容器に移す際は、オーバーフローさせた後に密栓し、空気を容器の中に入れないようにする。その後アイスボックス等により 5℃以下の冷暗状態にして、実験室に運搬する。

ｐＨ，ＥＣ，アルカリ度，ＣＯＤ以外の化学成分を分析するための試料水は、直ちにグラスファイバーフィルター(ろ過径１μｍ,直径 47㎜の Whatman GF/C 又は Millipore GF 等の同等品)を用いて、ろ過処理を行う。グラスファイバーフィルターは、あらかじめ蒸留水又はイオン交換水で十分に洗浄し、乾燥器で乾燥（100±5℃，２時間）させたものを使用する。

ろ過処理には、吸引用ろ過器を使用し、ろ過後は速やかに分析を行う。

注）ＤＯＣを測定する場合は、ろ紙の素材に炭素成分を含まない、ろ過径１μｍのグラスファイバーフィルターを使用することが原則である。
なお、その他のイオン成分については、0.45μｍのメンブランフィルターを使用しても良い。




**図－５．１　採水から分析までの手順**

### ５．１．４　試料の保管

| |
|---|
| 試料水は、冷暗所に保管する。 |

(解説)

試料を採取してから分析を行うまでの間は、いずれも短期間であれば、5℃以下の冷暗所に保管する。

長期間の保存となる場合は－20℃程度の冷凍庫内にて保管することが望ましい。

### ５．２ 現地における測定

| |
|---|
| 現地にて、水温，ｐH，ＥＣを測定する。また、気温，外観，透明度の項目についてもあわせて測定する。 |

１）水温

水温の測定は、温度センサー付携帯用ｐH計またはＥＣ計で行う。

〔採水した直後の試料水にセンサーを入れ、温度が一定になった時の値を読み取る。〕

２）ｐH

ｐHの測定はガラス電極付携帯用ｐH計で行う。現場で測定する前に、ｐＨ７とｐＨ４もしくはｐＨ９の標準溶液を用いて校正する。長期間使用しなかった場合は、ガラス電極をきれいに洗浄してから校正を行い使用する。

〔採水した直後の試料水にｐH計の電極部を入れ、ｐH値が±０．１程度の変動を繰り返すようになったところの値を読み取る。〕

３）ＥＣ（電気伝導率）

ＥＣの測定は携帯用ＥＣ計で行う。現場の水温で電気伝導率を測定した場合には、25℃の数値に換算する。換算式は次のとおりである。

$$(EC_{(t)}) = (EC_{(25)}) \times (1 + 0.0191 (t - 25))$$

*t：現場の水温*

〔採水した直後の試料水にＥＣ計の電極部を入れ、EC 計の値が一定になるか、±0.1mS/m の変動を繰り返すようになったところの値を読み取る。〕

4）気温

温度計を直接日光にあてないこと。また温度検出部がぬれていないことに留意し、地上より約 1m 程度の高さで、風の流れがある場所で測定する。

5）外観

外観は、色別と濁りの有無について次のように表現する。（表－５．１参照）

① 水に色がなく、透明な場合は「無色透明」

② 水にわずかに色が付いている場合は、「淡」と表現し、そのあとにどのような色かを示す。例えば「淡緑色」

③ 色がついていることがはっきりわかる場合は、色そのままを表現する。例えば「緑色」。

④ 色素を溶かしたような色の場合「濃」と表現し、その後にどのような色かを示す。例えば「濃緑色」。

更に、色が付いていても透明な場合は「透」、色が付いて濁っている場合は「濁」と表現し、色の後にその区別を付けるものとする。「淡緑色透」、「濃緑色濁」。

なお、外観については整理しやすいよう、表－５．１に外観分類表を示すが、採水時にこれらの表現と一致しない場合、できるだけ近いものを記入し、備考欄に採水者のコメントを記入する。

**表－５．１　外　観**

| 表　　現 |
|---|
| 無色透明 |
| 赤褐色 |
| 茶色 |
| 茶褐色 |
| 黄緑色 |
| 黄褐色 |
| 緑色 |
| 緑褐色 |
| 青緑色 |
| 褐色 |
| 白色 |
| 灰色 |
| 灰茶色 |
| 灰緑色 |
| 黒色 |

6）透明度

透明度板（直径 300㎜ の白色円形の板）を徐々に沈め、目視で確認ができなくなる直前の所、または、目視で確認ができなくなるまで沈めた後に、ゆっくり引き上げて透明度板が確認できる所の、水面から透明度板までの深さを透明度とする。

（参考）

・ 天候・気象

調査時の天候は試料に影響を及ぼすこともあるので記録を取る。

・ 時刻

調査開始の時刻および採水時の時刻と、調査完了時の時刻を正確に記録する。

なお、採水時刻は採水を開始した時刻とする。

## ５．３　底質試料の採取と保管

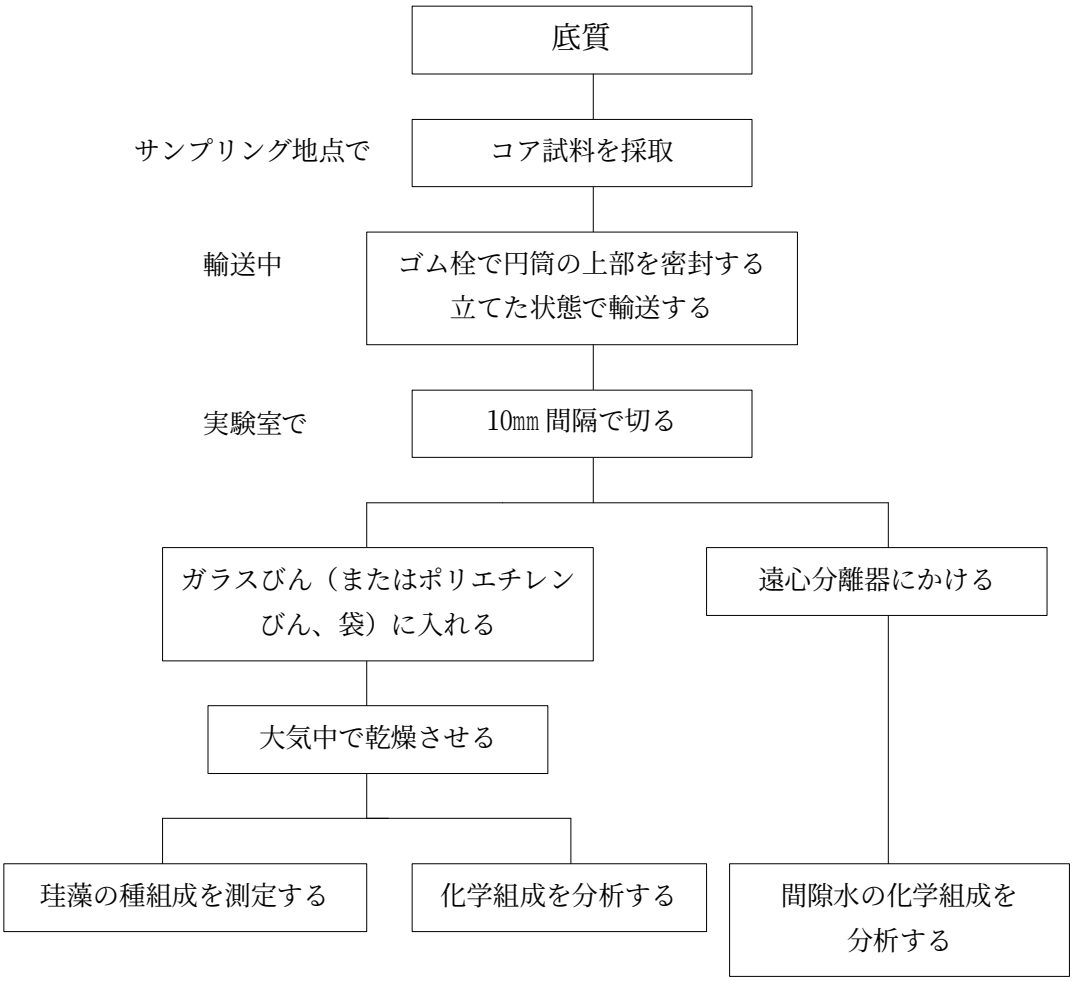
| |
|---|
| 底質試料は、コアの直径が 50㎜ 以上のコアサンプラー等の柱状採泥器を使用して採取する。 |

(解説)

図－５．２に採取から分析までの手順を示す。採取したコアは空気に触れないようゴム栓などで密封し、立てた状態で固定し運搬する。採泥層の厚さは 150㎜ 以上が望ましい（最低でも 100㎜ 必要)。またコアの直径は 50㎜ 以上が望ましい。

(参考)

エクマンバージなどのグラブ採泥器は、底質の各層が撹乱されるため使用しない。




**図－５．２　底質試料の採取から分析までの手順**

## ６．分析

測定及び分析は、教育訓練を受けたか、もしくは経験を積み熟練した者が担当する。測定にあたっては、常に同一の分析精度を維持するため、機器類，器具及び試薬の管理方法について、ＳＯＰ（標準作業手順書　資料３参照）を作成する。

### ６．１ 分析の概要

分析機関に到着した試料については、速やかに 25±0.5℃の恒温槽中において、ｐＨ及びＥＣを測定するとともに、0.01mol/L の硫酸を用いた滴定によりアルカリ度を測定する。他項目の測定については、５．１．３で示したろ過処理を行い、5℃以下の暗所において冷蔵保存し、１週間以内に分析を完了するものとする。

各分析項目と分析方法は表－６．１に示すとおりである。

水質分析を行うにあたっては、測定毎に検量線の作成を行う。

検量線の作成にあたっては、分析項目毎に濃度を数段階用意する。測定は同濃度について 3 回行う(ｎ＝３)。これにより下記１）～６）の値を求める。

なお、検量線の範囲内の濃度で測定する。検量線をはずれたものは、適当な濃度に希釈して測定する。

また、精度の確認のために検量線作成毎に、６．２．３）に示す標準参照試料を同時に測定しておく。（測定が長時間に及ぶ場合は、２０試料に１回の割合で標準参照試料を測定することが望ましい。）

１）最大値$(X_1)=X_{max}$

２）最小値$(X_2)=X_{min}$

３）範囲 R＝｜$X_1-X_2$｜

４）平均値$(X)=\dfrac{m_1+m_2+m_3}{3}$

注）pH の平均値＝-log（$(10^{-pHm1}+10^{-pHm2}+10^{-pHm3})/3$）

５）標準偏差 $(s)=\sqrt{\dfrac{S}{2}}$

ここで、

$$S=\sum_{i=1}^{3}X_i^{\,2}-\left(\sum_{i=1}^{3}X_i\right)^2/3 \qquad S：偏差平方和$$

６）変動係数$(CV\%)=(s/X)\times 100\%$

分析結果については、「８．測定データのまとめ方」にしたがってデータをまとめ、「９．結果の報告」にしたがって結果報告を行う。報告書は、「Ⅲ　報告書式および様式」にしたがって作成する。

**表－６．１　分析項目と分析方法**

| 分析項目 | 調査地点 | | | 分析方法 |
|---|---|---|---|---|
| | 湖沼 | 河川 | 湧水 | |
| ◎pH | ○ | ○ | ○ | ○pH 計 |
| ◎電気伝導率(EC) | ○ | ○ | ○ | ○電気伝導率計 |
| ◎アルカリ度(pH4.8) | ○ | ○ | ○ | ・ビュレット<br>○pH メーター付きデジタル・ビュレットによる滴定 |
| ◎アンモニウムイオン($NH_4^+$) | ○ | ○ | ○ | ・イオンクロマトグラフ法<br>○インドフェノール青吸光光度法 |
| ◎カルシウムイオン($Ca^{2+}$) | ○ | ○ | ○ | ○　イオンクロマトグラフ法<br>・原子吸光光度法(フレーム) |
| ◎ナトリウムイオン($Na^+$) | ○ | ○ | ○ | ○　イオンクロマトグラフ法<br>・原子吸光光度法(フレーム) |
| ◎マグネシウムイオン($Mg^{2+}$) | ○ | ○ | ○ | ○　イオンクロマトグラフ法<br>・原子吸光光度法(フレーム) |
| ◎カリウムイオン($K^+$) | ○ | ○ | ○ | ○　イオンクロマトグラフ法<br>・原子吸光光度法(フレーム) |
| △全アルミニウム | ○ | ○ | ○ | ○　原子吸光光度法<br>・ICP 法、吸光光度法 |
| ◎硝酸イオン($NO_3^-$) | ○ | ○ | ○ | ○　イオンクロマトグラフ法<br>・吸光光度法 |
| ○亜硝酸イオン($NO_2^-$) | ○ | ○ | ○ | ○　イオンクロマトグラフ法<br>・吸光光度法 |
| ◎硫酸イオン($SO_4^{2-}$) | ○ | ○ | ○ | ○　イオンクロマトグラフ法<br>・比濁法 |
| ◎塩化物イオン($Cl^-$) | ○ | ○ | ○ | ○　イオンクロマトグラフ法<br>・硝酸銀滴定法 |
| ○りん酸イオン($PO_4^{3-}$) | ○ | ○ | ○ | ○吸光光度法 |
| ○有機態炭素(DOC) | ○ | ○ | ○ | ○　燃焼酸化-赤外線式 TOC 自動計測法<br>・湿性酸化法 |
| △化学的酸素要求量($COD_{Mn}$) | ○ | | | ○100℃における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量 |
| ◎クロロフィル量(Chl－a) | ○ | | | ○SCOR／UNESCO 法 |

・　分析項目における区分は、優先順(◎：年４回必須項目，○：年１回必須項目，△：選択項目)を示す。
・　調査地点の○は、調査を行う項目を示す。
・　分析方法の○は、主分析方法を示す。

## ６．２　分析に使用する純水と標準溶液，標準試料

試料の分析・測定に用いる純水，試薬等については、あらかじめ測定対象物質に妨害を及ぼす物質がないことを確認するとともに、測定対象物質のブランク値についても可能な限り低減する必要がある。

１）純水

分析、洗浄および試料の希釈に用いる純水は、0.15mS/m 未満のものを使用する。

２）標準溶液，標準試料

測定値は、採取試料と標準試料の測定結果に基づいて求められるため、測定値の信頼性を確保するためには、トレーサビリティの保証された標準溶液、標準物質を使用する。

３）標準参照試料

分析機器の管理に使用するため、濃度の保証された標準参照試料（Certified Reference Material:以下「CRM」と略称）としては米国の National Institute of Standard and Technology（NIST）の Standard Reference Material（SRM）がある。しかし、日常の機器の管理には、CRM の使用は高価なため、模擬陸水を調整し、所内標準物質（ワーキングスタンダード）として用いる。

（分析精度管理調査に用いた、濃度値が公表されている模擬陸水を使用しても良い）

## ６．３　分析機器の使用前確認と調整

分析機器の使用にあたっては、機器毎に以下の点検を行い、信頼できる測定値が得られることを確認してから使用する。なお、必要であれば調整を行う。

### １）ｐＨ計

精度管理上、ｐＨは 25±0.5℃で測定する。恒温槽(25℃)中にｐＨ標準液を浸し、ｐＨ計の校正、繰り返し試験および直線性試験を行い、信頼できる測定値が得られることを確認した後に測定を行う。付属している温度計についても、標準温度計と比較し、信頼できる測定値が得られることを確認しておく。また、校正中の温度変動が規格内（±0.5 ℃）に入るように、恒温槽の温度制御ができることを確認する。

現地でのｐＨ測定はガラス電極付携帯用ｐＨ計で行う。現地で測定する前に標準溶液を用いて校正する。

**2）ＥＣ計**

精度管理上、ＥＣの測定は 25℃で行うので、恒温槽（25℃）中でＥＣ計の校正、繰り返し試験および直線性試験を行い、信頼できる測定値が得られることを確認する。

付属している温度計についても、標準温度計と比較し信頼できる測定値が得られることを確認する。また校正中の温度変動が規格内に入るように、恒温槽の温度制御（25±0.5℃）ができることを確認する。

現地でのＥＣ測定は携帯用ＥＣ計で行う。現地で測定する前に標準溶液を用いて校正する。現地の水温で電気伝導度を測定した場合は、25℃の値に換算する。換算式は次のとおりである。

$$(EC(t)) = (EC(25)) \times [1+0.0191(t-25)] \qquad t: \text{現地の水温}$$

**3）ｐH計付デジタルビュレット装置（アルカリ度）**

アルカリ度の測定には可能な限り、ｐH計付のデジタルビュレット装置を使用する。終点のｐH設定値は 4.8 とする。ｐH計の校正は１）にしたがって、適正に行う。

**4）イオンクロマトグラフ**

溶離液の組成、流速の条件を設定し、測定対象イオンが十分に分離できるように調整し、応答が安定していること、所定の感度が得られることを確認する。

**5）原子吸光光度計**

中空陰極ランプの電流値、バーナーの高さ、燃料ガス及び助燃ガスの流量、測定波長、スリット幅等の条件を設定し、応答が安定していること、所定の感度が得られることを確認する。干渉の可能性がある場合には、光学的バックグラウンド補正や添加剤による補正等が適切に行われ、信頼できる測定値が得られることを確認する。

**6）吸光光度計**

測定対象イオン種について、吸光度が安定し、所定の感度が得られることを確認する。光学的妨害の可能性がある場合には十分な信頼性が得られるように、必要な調整を行う。

## ６．４　分析方法

試料溶液については、各測定項目ごとに準備すること。特に、ｐＨを測定した試料溶液を、他の分析（ＥＣ，アルカリ度，イオン分析）に用いることは絶対に行わないこと。
（ｐＨ電極の内部液が試料に混入することによる、コンタミネーションのため）
同じ試料溶液でｐＨとＥＣを測定する場合は、ＥＣを測定してからｐＨを測定すること。

### ６．４．１　ｐＨ

| |
|---|
| ｐH の測定には、JIS Z 8802 によるガラス電極法を適用する。 |

(解説)

ｐＨは試料採取後直ちに測定する。詳細は、JIS K 0102 12 に従う。
なお、ｐＨの測定は、25±0.5℃の恒温槽を使用して行うことが望ましい。

１）ｐＨ計の校正

① ｐＨ計の電源を入れ、検出部[ガラス電極(1)(2)及び参照電極(3)、温度計など]を取り付ける。
② 検出部を水で繰返し 3 回以上洗い、きれいな柔らかい紙(ティシュペーパー、フィルター、脱脂綿など)でぬぐっておく。
③ 中性りん酸塩ｐＨ標準液をビーカーにとり、検出部を浸す。温度補償用ダイヤルまたはデジタルスイッチの設定のあるものは、目盛値を中性りん酸塩ｐＨ標準液の温度に合わせる(4)(5)。
④ 中性りん酸塩ｐＨ標準液の温度に対応するｐＨ値に調整ダイヤル(非対称電位調整ダイヤル)を調節して合わせる。
⑤ 検出部を水で繰り返し 3 回以上洗い、きれいな柔らかい紙などでぬぐっておく。
⑥ 試料のｐＨ値が７以下の場合は、フタル酸塩ｐＨ標準液またはしゅう酸塩ｐＨ標準液をビーカーにとり検出部を浸す。スパン調整ダイヤルを調節して、使用したｐＨ標準液の温度に対応するｐＨ値に合わせる(5)。試料のｐＨ値が７を超える場合は、ほう酸塩または炭酸塩ｐＨ標準液を用い、同じ操作でｐＨ標準液の温度に対応するｐＨ値に合わせる(5)。
⑦ 再び②～⑥の操作を行い指示値がｐＨ標準液の温度に対応するｐＨ値の±0.05(6)で一致するまでこの操作を繰り返す。

注(1) 長く乾燥状態にあったガラス電極は、あらかじめ水に浸して平衡に達してから使用する。

注(2) ガラス電極が汚れている場合は、必要に応じて洗剤や塩酸(1＋20)などで短時間で洗い、更に流水で十分に洗う。電極の取扱いは取扱説明書による。

注(3) 参照電極の汚れの除去はガラス電極と同じ操作で行い、内部液(塩化カリウム溶液)の交換などは取扱説明書を参照する。

注(4) ｐＨ標準液の温度は、できるだけ試料の温度に合わせる。

注(5) 各ｐＨ標準液の温度測定の精度は±0.5℃で行い、校正中のｐＨ標準液の温度変動は±2℃(ｐＨ計形式Ⅰでは±0.5℃)になるようにする。

注(6) ｐＨ計形式Ⅰでは±0.02、ｐＨ計形式Ⅲでは±0.1で一致するまで繰り返す。

2）操作

① 校正されたｐＨ計の検出部を、水で繰り返し 3 回以上洗い、きれいな柔らかい紙などでぬぐっておく。

② 試料をビーカーにとり、検出部を浸す。温度補償用のダイヤル、またはデジタルスイッチの設定のあるものは目盛値を試料の温度(7)に合わせた後、ｐＨ値を測定する。

③ 検出部を取り出し、水で繰返し 3 回以上洗い、きれいな柔らかい紙などでぬぐっておく。

④ 再び試料をビーカーにとり、検出部を浸し、ｐＨ値を測定する(7)。

⑤ 再び③，④の操作を行って、3 回の測定値が±0.1(8)で一致した測定値を平均して、試料のｐＨ値を算出する。

注(7) ｐＨ値は試料の温度によって異なるので、試料の温度測定精度は±0.5℃で測定し、試料の温度変動は±2℃以内にする。

注(8) 緩衝性の低い試料は、容易にｐＨ値が変化するため、ｐＨ値が±0.1の繰り返し性から得られない場合がある。この場合は、ｐＨ値が±0.2で一致する値を平均してｐＨ値を算出する。

また、大気中の二酸化炭素で容易にｐＨ値が変動する場合には、流液形の電極を使用するとよい。

## ６．４．２　ＥＣ（電気伝導率）

ＥＣの測定には、電気伝導度計を用いる。

(解説)

ＥＣ（電気伝導率）は溶液がもつ電気抵抗率(Ω・m)の逆数に相当し、S/mの単位で表す。また、電気伝導度は、溶液がもつ電気抵抗(Ω) の逆数に相当し、S の単位で表す。水の試験では、25℃の値を用いて、S/m 及び S の千分の一を単位としそれぞれmS/m(1)及びmS で表す(2)。

注(1)：mS/mはミリジーメンス毎メートルと読む。

注(2)：1μS/cm は、SI 単位では 0.1mS/m に相当する。

詳細は、JIS K 0102 13 に従う。

ＥＣの測定は、25±0.5℃の恒温槽を使用して行うことが望ましい。

・操作

１）あらかじめ電気伝導度計の電源を入れておく。試料の電気伝導率に応じて、表－６．２に示すセル定数をもった電極を用い、水でセルを 2～3 回洗う。(特に汚れている場合には、塩酸(1+100)に浸し、更に流水で十分に洗い、最後に水で２～３回洗う)

**表－６．２　セル定数と測定範囲**

| セル定数(※) | | 測定範囲 | |
|---|---|---|---|
| $m^{-1}$ | $cm^{-1}$ | mS/m | (μS/cm) |
| 1 | 0.01 | 2 以下 | 20 以下 |
| 10 | 0.1 | 0.1～20 | 1～200 |
| 100 | 1 | 1～200 | 10～2000 |
| 1000 | 10 | 10～2000 | 100～20000 |
| 5000 | 50 | 100～20000 | 1000～200000 |

注(※) セル定数　$m^{-1} \times 0.01 = cm^{-1}$

２）セルを試料で２～３回共洗いした後、試料を満たし、25±0.5℃(3)に保って電気伝導度(4)(5)の測定を行う。測定値が±3%（6）で一致するまで試料を数回取り替えて測定を繰り返し、その電気伝導度を求める。

３）電気伝導度から次の式によって試料の電気伝導率(mS/m)(25℃)を算出する。

$$L = J \times L_X$$

L　：試料の電気伝導率(mS/m)(25℃)

J　：セルの定数($m^{-1}$)

$L_X$ ：測定した電気伝導度（mS）

注(3) 精度を特に必要としない場合には、温度補償回路を組み入れた電気伝導度計を用いる。電気伝導率は、温度によって変化し、1℃上昇で約 2%大きくなる。ただし、電気伝導率が 1mS／m（10μS／cm）以下になると、水の解離によって生じる水素イオン及び水酸化物イオンの影響が大きくなる。

注(4) 電気伝導度計の指示が電気抵抗（Ω）になっている時は、次の式によって電気伝導率を計算する。

$$L = J / R_X \cdot 10^3$$

L　：試料の電気伝導率(mS/m)(25℃)

J　：セルの定数($m^{-1}$) ただし電気伝導率(Ω･m)で示される場合は1とする。

$R_X$ ：測定した電気抵抗 （Ω）

注(5) 電気伝導度計の指示が電気伝導度(μS)になっている場合は、次の式によって電気伝導率(mS/m)を算出する。

$$L = J \times L_x \times 0.1$$

L　：試料の電気伝導率(mS/m)(25℃)

J　：セルの定数($cm^{-1}$)

$L_X$ ：測定した電気伝導度（μS）

注(6) 試料の電気伝導率が１mS/m(25℃)未満の場合には、±3%で一致しないことがあるので、JIS K 0552 に従って試験するか、又は流液形のセルを用いる。

備考　セル定数の測定又はセル定数の確認

セル定数の測定又はセル定数の確認は、試料を試験するたびに行う必要はないが、定期的に塩化カリウム標準液を用いて、その数値を確かめ、校正を行う。（校正の目安としては、２ヶ月に１回程度とする）

校正方法については、計器の取扱説明書に準ずる。

ＫＣｌ溶液の２５℃における電気伝導率を表６－３に示す。

**表－６．３　ＫＣｌ溶液の電気伝導率**

| 濃度（mol/L） | 電気伝導率(mS/m)　at　25℃ |
|---|---|
| 0.0001 | 1.49 |
| 0.0005 | 7.39 |
| 0.0010 | 14.70 |

## ６．４．３　アルカリ度

| |
|---|
| アルカリ度の測定にはビュレット又はｐＨメーター付きデジタル・ビュレットによる滴定を用いる。 |

（解説）

アルカリ度とは、水中に含まれる炭酸水素塩、炭酸塩又は水酸化物などのアルカリ分を、これらに相当する炭酸カルシウム($CaCO_3$)の mg/L で表したものである。アルカリ度は、$CaCO_3$ 1mg/L 相当で１度とする。

詳細は、上水試験方法Ⅳ-1 14 に従う。

・操作

検水 100mL を白磁皿 300mL に採り、MR 混合指示薬(1)数滴(0.1～0.15mL)を加える。この際、水相が青色になったときは、炭酸水素塩、炭酸塩又は水酸化物が存在することを示すものであるため、ガラス棒でよくかき混ぜながら水相が赤紫色になるまで 0.01mol/L 硫酸で滴定し、要した硫酸の mL 数(a)を求める。

・ 濃度の計算　硫酸の mL 数(a)から、次式によって試料 1L 中の総アルカリ度 mg／L を算出する。

総アルカリ度($CaCO_3$)（mg/L）=a×(1000/検水 mL)×1

なお、当量濃度への換算式は以下の通りである。

アルカリ度（meq/L）＝総アルカリ度（mg/L）/50.05

注(1) 指示薬の代わりにｐＨ計を用いたときは、中和点のｐＨ値を 4.8 にする。濁りが高くて見にくいときは、ｐＨ計を使用するか、指示薬のみを入れた比較対照水を作り、見比べながら滴定するとよい。

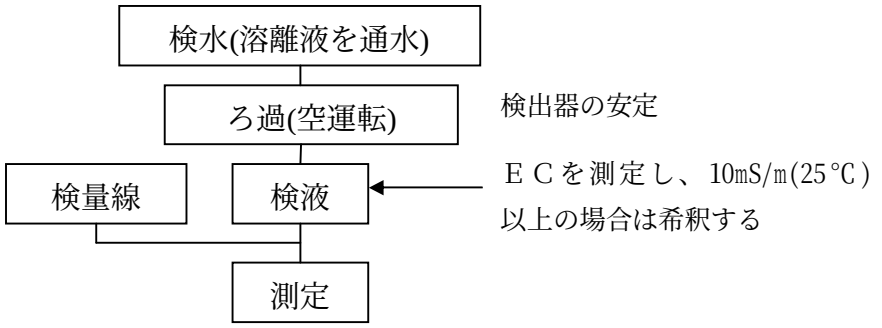
## ６．４．４ イオンクロマトグラフによる多成分分析

### ６．４．４．１　陽イオン類

陽イオン類をイオンクロマトグラフにより短時間で分離・同定・定量する。

(解説)

ここで陽イオン類とは、ナトリウム，カリウム，カルシウム,マグネシウムの各イオンをいう。これら陽イオンは原子吸光光度法または吸光光度法などにより、それぞれ別々に定量できるが、イオンクロマトグラフ法を使用すれば、短時間で分離・同定・定量をすることができる。詳細は河川水質試験方法（案）39.3.3 に従う。




**図－６．１　イオンクロマトグラフ法の分析の流れ**

・操作

あらかじめフィルター(５．１．３参照)で検水をろ過しておく。ただし、フィルターは使用前に少量の水で洗っておく。シリンジまたはオートサンプラーを用いて試水の一定量（例えば 50～200μＬ）をイオンクロマトグラフに注入し、各イオンの保存時間に相当するピーク高さ又はピーク面積を求める。検液の濃度が高いと予想される場合は、最初から希釈して注入する。濃厚溶液を注入すると、カラムの性能の低下が早くなる。ただし、検水を希釈した場合は、空試験として、検水と同量の水の測定を行う。

・ 検量線　陽イオン混合標準液(100mgNa,100mgK,100mgCa,100mgMg/L)0,0.1～100mL を 100mL のメスフラスコに段階的にとり、水を標線まで加える。この溶液を検液と同様に操作して指示値(ピーク高さ又はピーク面積)を測定し、ゼロを補正して各イオンの濃度(mg/L)と指示値との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。

注)　イオンクロマトグラフの測定条件は装置の種類、方式の違い(サプレッサ方式またはノンサプレッサ方式)により異なるので、それぞれの装置の取扱説明書に従い、流量を設定する。

・ 濃度の計算　検量線から検水中の陽イオン濃度(㎎/L)を算出する。検水を希釈して測定した場合は希釈倍率を乗じる。

## ６．４．４．２　陰イオン類

| |
|---|
| 陰イオン類をイオンクロマトグラフにより短時間で分離・同定・定量する。 |

(解説)

ここで陰イオン類とは、塩化物，硫酸,亜硝酸及び硝酸の各イオンをいう。これらの陰イオンは、電極法，比色法，滴定法などによってそれぞれ別々に定量できるが、イオンクロマトグラフ法を使用すれば、短時間で分離・同定・定量をすることができる。

詳細は、上水試験法Ⅳ-2 1に従う。

・操作

１）前処理

試料をフィルター（５．１．３参照）でろ過(1)し、初めのろ液約 10mL を捨て、次のろ液を試験溶液とする。

測定対象の陰イオン濃度が定量上限を超えている場合には、水で希釈し、試験溶液とする(2)。

２）分析

試験溶液で洗浄したシリンジを用いて、サンプルループの数倍の容量(0.1mL のサンプルループであれば、すくなくとも 1mL)の試験溶液をイオンクロマトグラフに注入し、各陰イオンの保持時間に相当する位置のピーク高さ又はピーク面積を求める。

・検量線

陰イオン混合標準液(100mgCl,100mg$SO_4$,100mg$NO_2$,100mg$NO_3$/L) 0,0.1～100mL を段階的に数個の 100mL のメスフラスコにとり、各々に水を加え 100mL とする。

以下 ２)と同様に操作し、各陰イオンの濃度(mg/L)とピーク高さ又はピーク面積との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。

・濃度の計算

２）で求めた検水のピーク高さまたはピーク面積を検量線に照らして陰イオンの濃度 a(mg/L)を求め、次式によって試料１L 中のそれぞれのイオン濃度を算出する。(3)

陰イオン(mg/L)＝a(mg/L)×希釈倍率

注(1)　試料中の粒子状物質は分離カラムの汚染や詰りの原因となるので、必ずフィルターでろ過する。

注(2)　注入した試料中のイオンが多いとカラムの交換容量が不足し、ピークの形状が変化する。また分離能の低下により検出限界値が悪くなり、検量線も直線域から外れる。このことから、多点検量線法によって直線性を確認し、測定可能な濃度の上限(カラム交換容量や測定条件より異なる)を見極め、高濃度の試料を定量する場合には、必要に応じて試料を希釈する。

なお、数機種のイオンクロマトグラフを用いて検討した結果、塩化物イオンで 40mg/L、硝酸態窒素及び亜硝酸態窒素で 60mg/L、硫酸イオンで 300mg/L までの濃度範囲では良好な直線関係が得られている。ちなみに、JIS K 0101(工業用水試験方法)では、試料のＥＣが 10mS/m 以上の場合には、10mS/m 以下になるように、水で一定の割合に薄めることが規定されている。

注(3) 亜硝酸イオンおよび硝酸イオンとして濃度を表すときには、亜硝酸態窒素、硝酸態窒素イオンの濃度に、それぞれ 3.28，4.42 を乗じて算出する。

## ６．４．５　アンモニウムイオン($NH_4^+$)

アンモニウムイオンの定量には、インドフェノール青吸光光度法、またはイオンクロマトグラフ法を用いる。

(解説)

アンモニウムイオンの定量には、インドフェノール青吸光光度法、イオンクロマトグラフ法が適用できるが、原則としてインドフェノール青吸光光度法を用いる。イオンクロマトグラフを使用するにあたっては、感度に注意する。

妨害物質が含まれている場合は、蒸留処理を行った後に測定を実施する。ただし、イオンクロマトグラフ法を適用する場合には、試料の蒸留処理は行わない。

### ６．４．５．１　インドフェノール青吸光光度法

アンモニウムイオンが次亜塩素酸イオン共存のもとで、フェノールと反応して生じるインドフェノール青の吸光度を測定してアンモニウムイオンを定量する。

定量範囲：$NH_4^+$　5～100μg

繰返し分析精度：変動係数で 2～10%

詳細は、JIS K 0102 42.2 に従う。

・ 操作

１）ＪIS 0102 42.1 の前処理を行った試料の適量($NH_4^+$として 5～100μg を含む)をメスシリンダー（有栓形）50mL にとり、水を加えて約 30mL とする。

２）ナトリウムフェノキシド溶液 10mL を加えて振り混ぜる。

３）次亜塩素酸ナトリウム溶液(有効塩素 10g/L)5mL を加え、水を 50mL の標線まで加えた後、栓をして振り混ぜる。

４）液温を 20～25℃に保って約 30 分間(1)放置する。

５）この溶液の一部を吸収セルに移し、波長 630nm 付近の吸光度を測定する。

６）空試験として水 25mL をとり２）～５）の操作を行って吸光度を測定し、試料について得た吸光度を補正する。

７）検量線からアンモニウムイオンの量を求め、試料中のアンモニウムイオンの濃度($mgNH_4^+/mL$)を算出する。

・ 検量線　アンモニウムイオン標準液(10μg$NH_4^+$/mL)0.5～10mL を段階的に 50mL のメスシリンダー(有栓形)にとり、２)～６)の操作を行って吸光度を測定し、アンモニウムイオン（$NH_4^+$)の量と吸光度との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。

注(1)　液温が 20～25℃のとき約 30 分間で発色は最高となり、その後約 30 分間は安定である。

### ６．４．５．２ イオンクロマトグラフ法

６．４．４．１に同じ。試料中のアンモニウム態窒素を定量する。

- 操作　６．４．４．１に準じる。
- 検量線　アンモニウム態窒素標準液(0.1㎎N/㎖)の 0,0.1～25㎖ を 100㎖ のメスフラスコに段階的にとり、水を標線まで加えた標準液を調製する。これをイオンクロマトグラフに一定量注入し、ゼロを補正してアンモニウム態窒素の濃度(㎎N/L)と指示値(ピーク高さ又はピーク面積)との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。
- 濃度の計算　操作で求めた検液のアンモニウム態窒素に相当するピークの指示値を検量線に照らして、検液中のアンモニウム態窒素の濃度(㎎N/L)を求める。検水を希釈して測定した場合は希釈倍率を乗じる。また、空試験として、希釈に用いた水で検水と同様の操作を行い補正する。

## ６．４．６　カルシウム(Ca)

カルシウムの定量にはイオンクロマトグラフ法又はフレーム原子吸光光度法を適用する。

### ６．４．６．１ イオンクロマトグラフ法

６．４．４．１に同じ。試料中のカルシウムを定量する。

- 操作　６．４．４．１に準じる。
- 検量線　カルシウム標準液(100mg/L)の 0,0.5～30mL を 100mL のメスフラスコに段階的にとり、水を標線まで加える。この溶液を６．４．４．１と同様に操作する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。
- 濃度の計算　６．４．４．１に準じて、検水中のカルシウムの濃度(mg/L)を算出する。

### ６．４．６．２　フレーム原子吸光光度法

試料をアセチレン・空気フレーム中に噴霧し、波長 422.7nm の原子吸光を測定して、カルシウムを定量する。

定量範囲：Ca 0.2～4mg/L

繰返し分析精度：変動係数で 2～10%(装置、測定条件などによって異なる。)

詳細は：JIS K 0102 50.2 に従う。

- 操作

１）試料の適量(Ca として 20～400μｇを含む)を 100mL のメスフラスコにとり、塩酸（1+1）2mL を加えた後、水を標線まで加える。

２）この溶液 10mL を乾いたビーカーにとり、ランタン溶液（50ｇ/L）1mL を加える。

３）２）の溶液を JIS K 0121 の 6.（操作方法）の操作に従って、フレーム中に噴霧し、波長 422.7nm の指示値（[1]）を読み取る。

４）空試験として、試料と同量の水をとり、１）～３）の操作を行って試料について得た指示値を補正する。

５）検量線からカルシウムの量を求め、試料中のカルシウムの濃度(mgCa/L)を算出する。

・ 検量線　カルシウム標準液(20μgCa/mL)1～20mL を 100mL のメスフラスコに段階的にとり、試料と同じ条件によるように塩酸（1+1）を加えた後、水を標線まで加える。この溶液について２）～４）の操作を行い、カルシウム（Ca）の量と指示値との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。

注(1)　吸光度またはその比例値

## ６．４．７ ナトリウム（Na）

ナトリウムの定量にはイオンクロマトグラフ法又はフレーム原子吸光光度法を適用する。

### ６．４．７．１ イオンクロマトグラフ法

６．４．４．１に同じ。試料中のナトリウムを定量する。

- 操作　６．４．４．１に準じる。
- 検量線　ナトリウム標準液(100mg/L)の 0,0.1～30mL を 100mL のメスフラスコに段階的にとり、水を標線まで加える。この溶液を６．４．４．１と同様に操作する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。
- 濃度の計算　６．４．４．１に準じて、検水中のナトリウムの濃度(mg/L)を算出する。

### ６．４．７．２　フレーム原子吸光光度法

試料をアセチレン・空気フレーム中に噴霧し、波長 589.0nm の原子吸光を測定して、ナトリウムを定量する。

定量範囲：Na 0.05～4mg/L

繰返し分析精度：変動係数で 2～10%（装置、測定条件などによって異なる）

詳細は、JIS K 0102 48.2 に従う。

・操作

１）試料を JIS K 0121 の 6.（操作方法）の操作に従って、フレーム中に噴霧し、波長 589.0nm の指示値(1)を読み取る。

２）空試験として、水を用いて１）の操作を行って、試料について得た指示値を補正する。

３）検量線からナトリウムの量を求め、試料中のナトリウムの濃度（mgNa/L）を算出する。

- 検量線　ナトリウム標準液（10μgNa/mL）0.5～40mL を 100mL のメスフラスコに段階的にとり、水を標線まで加える。この溶液に対して、１）及び２）の操作を行ってナトリウム（Na）の量と指示値との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、試料測定時に行う。

注(1)　吸光度又はその比例値

## ６．４．８　マグネシウム（Mg）

マグネシウムの定量にはイオンクロマトグラフ法又はフレーム原子吸光光度法を適用する。

### ６．４．８．１　イオンクロマトグラフ法

６．４．４．１に同じ。試料中のマグネシウムを定量する。

- 操作　６．４．４．１に準じる。
- 検量線　マグネシウム標準液（100mg/L）0,0.1～30mL を 100mL のメスフラスコに段階的にとり、水を標線まで加える。この溶液を６．５．１と同様に操作する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。
- 濃度の計算　６．４．４．１に準じて、検水中のマグネシウムの濃度（mg/L）を算出する。

### ６．４．８．２　フレーム原子吸光光度法

試料をアセチレン・空気フレーム中に噴霧し、波長 285.2nm の原子吸光を測定してマグネシウムを定量する。

定量範囲：Mg 20～400μg/L

繰返し分析精度：変動係数で 2～10%（装置、測定条件などによって異なる。）

詳細は、JIS K 0102 51.2 に従う。

- 操作
  １）試料の適量（Mg として 2～40μg を含む）を 100mL のメスフラスコにとり、塩酸（1+1）2mL を加えた後、水を標線まで加える。
  ２）この溶液 10mL を乾いたビーカーにとり、ランタン溶液（50g/L）1mL を加える。
  ３）２）の溶液を JIS K 0121 の 6.（操作方法）の操作に従って、フレーム中に噴霧し、波長 285.2nm の指示値(1)を読み取る。
  ４）空試験として、試料と同等の水を取り１）～３）の操作を行って、試料について得た指示値を補正する。
  ５）検量線からマグネシウムの量を求め、試料中のマグネシウムの濃度（mgMg/L）を算出する。

・ 検量線

マグネシウム標準液（2μgMg/mL）1～20mL を 100mL のメスフラスコに段階的にとり、試料と同じ条件になるように塩酸（1+1）を加えた後、水を標線まで加える。この溶液について２）～４）の操作を行って、マグネシウム(Mg)の量と指示値との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、試料測定時に行う。

注(1)　吸光度またはその比例値

## ６．４．９ カリウム（K）

| |
|---|
| カリウムの定量にはイオンクロマトグラフ法又はフレーム原子吸光光度法を適用する。 |

### ６．４．９．１ イオンクロマトグラフ法

６．４．４．１に同じ。試料中のカリウムを定量する。

- 操作　６．４．４．１に準ずる。
- 検量線　カリウム標準液（100mg/L）0,0.1～30mL を 100mL のメスフラスコに段階的にとり、水を標線まで加える。この溶液を６．４．４．１と同様に操作する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。
- 濃度の計算　６．４．４．１に準じて、検水中のカリウムの濃度（mg/L）を算出する。

### ６．４．９．２　フレーム原子吸光光度法

試料をアセチレン・空気フレーム中に噴霧し、波長 766.5nm の原子吸光を測定して、カリウムを定量する。

定量範囲：K 0.05～5μg/L

繰返し分析精度：変動係数で 2～10%（装置、測定条件などによって異なる）

詳細は、JIS K 0102 49.2 に従う。

・操作

１）試料を JIS K 0121 の 6.（操作方法）の操作に従って、フレーム中に噴霧し、波長 766.5nm の指示値([1])を読み取る。

２）空試験として、水を用いて１）の操作を行って、試料について得た指示値を補正する。

３）検量線からカリウムの量を求め、試料中のカリウムの濃度（mgK/L）を算出する。

・検量線

カリウム標準液（10μgK/mL）0.5～50mL を 100mL のメスフラスコに段階的にとり、水を標線まで加える。この溶液に対して１）及び２）の操作を行い、カリウム(K)の量と指示値の検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。

注([1])　吸光度又はその比例値

## ６．４．１０　全アルミニウム（Al）

全アルミニウムの定量には､原子吸光光度法又は ICP 発光分析法や吸光光度法を適用する。

### ６．４．１０．１ フレーム原子吸光光度法

試料を前処理した後、アセチレン・一酸化二窒素フレーム中に噴霧し、波長 309.2nm の原子吸光を測定して、アルミニウムを定量する。

定量範囲：Al 5～100μg/L

繰返し分析精度：変動係数で 2～10%（装置、測定条件などによって異なる）

詳細は、JIS K 0102 58.2 に従う。

１）準備操作　JIS K 0102 58.2(3)に準ずる。

２）操作

① １）の準備操作を行った試料の適量（Al として 0.5～10mg を含む）を 100mL のメスフラスコにとり、塩酸 1mL を加え、水を標線まで加える。

② この溶液 50mL を乾いたビーカーにとり、塩化カリウム溶液(100g/L)2mL を加える。

③ ②の試料を JIS K 0121 の 6.（操作方法）の操作に従って、アセチレン・一酸化二窒素フレーム(1)中に噴霧し、波長 309.2nm の指示値(2)を読み取る。

④ 空試験として、試料と同量の水を取り、①～③の操作を行って指示値を測定し、試料について得た指示値を補正する。

⑤ 検量線からアルミニウムの量を求め、試料中のアルミニウムの濃度（mgAl/L）を算出する。

・検量線

アルミニウム標準液(0.5mgAl/mL)1～20mL を 100mL のメスフラスコに段階的にとり、試料と同じ条件になるように塩酸を加えた後、水を標線まで加える。この溶液について、②～④の操作を行ってアルミニウム(Al)の量と指示値との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、試料測定時に行う。

注(1)　多燃料フレームの方が高感度を得られる。

注(2)　吸光度又はその比例値

## ６．４．１０．２ フレームレス原子吸光光度法

試料を前処理した後（濃度が極めて薄い場合は濃縮操作を行う）、フレームレス原子吸光光度法により波長 309.3nm で測定して、アルミニウムを定量する。

定量下限値：0.001mg/L

繰返し分析精度：変動係数で 5～10%

詳細は、上水試験方法 VI-3 の 6.2 に従う。

１）前処理　上水試験方法 VI-3 の 1.3 の 4)(1)に準ずる。(1)

２）操作

１）の前処理操作を行った試料検液を、上水試験方法 VI-3 の 1.3 の 4)(2)に従って波長 309.3nm で吸光光度を測定する。

・検量線

アルミニウム標準液 0,1～10mL を段階的に数個の 100mL のメスフラスコにとり、各々に硝酸を検液と同じ濃度になるように加え、水を加えて 100mL とする。以下６．４．１０．１の２）と同様に操作して吸光度を測定し、アルミニウム濃度(mg/L)と吸光度との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、試料測定時に行う。

・ 濃度の計算

２）で求めた検液の吸光度を、検量線に照らしてアルミニウム濃度(mg/L)を求め、次式によって試料 1L 中のアルミニウムの mg 量を算出する。

$$\text{アルミニウム(Al mg/L)} = a(\text{mg/L}) \times \frac{\text{検液 mL}}{\text{検水 mL}}$$

注(1)　ガラス器具からアルミニウムが溶出して影響を受けることがあるので、他の材質（石英又はポリテトラフルオロエチレン）の器具を用いる。

## ６．４．１０．３ ICP 発光分析法

試料を前処理した後、誘導結合プラズマ中に噴霧し、アルミニウムによる発光を波長 309.271nm で測定して、アルミニウムを定量する。

定量範囲：Al 0.08～4mg/L

繰返し分析精度：変動係数で 2～10%（装置、測定条件によって異なる。）

詳細は、JIS K 0102 58.4 に従う。

１）準備操作

準備操作は、次のとおり行う。

試料を JIS K 0102 5.5 によって処理する。

備考１．準備操作を行った試料のナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウムなどの濃度が高くアルミニウムの濃度が低い場合には、試料 100mL をとり、JIS K 0102 58.1 C) 1)～5)のクロロホルムを JIS K 8051 に規定する 3-メチル-1-ブタノールに代えた操作を行って 3-メチル-1-ブタノール層を共栓試験管に移し入れる。この場合は、JIS K 0102 58.1 C) 6)の硫酸ナトリウムを添加して水分を除く操作は省略してよい。

２）操作

① １）の準備操作を行った試料を JIS K 0116 の 5.8（ICP 発光分光分析の定量分析）に従って、プラズマトーチ中に噴霧し、波長 309.271nm 発光強度を測定する(1)(2)(3)。

② 空試験として、１）の準備操作で試料と同量の水をとり、試料と同様に１）及び２）①の操作を行って、試料について得た発光強度を補正する。

③ 検量線からアルミニウムの量を求め、試料中のアルミニウムの濃度（mgAl/L）を算出する。

・検量線

アルミニウム標準液(20μgAl/mL)0.4～20mL(4)(5)を 100mL のメスフラスコに段階的にとり、準備操作を行った試料と同じ条件になるように酸を加えた後、水を標線まで加える。この溶液について２）①の操作を行う。別に、空試験として水について検量線の作成に用いた標準液と同じ条件になるように酸を加えた後、２）①の操作を行って標準液について得た発光強度を補正し、アルミニウム(Al)の量と発光強度との検量線を作成する。検量線の作成は試料測定時に行う。

注(1) 波長の異なる２本のスペクトル線を同時測定が可能な装置では、内標準法を用いることができる。内標準法を用いるときは、１）で処理した試料の適量を 100mL のメスフラスコにとり、イットリウム溶液（50μgY/mL）[JIS K 0102 47.の注(8)による] 10mL を加え、２）①の試料と同じ条件になるように酸を加えた後、水を標線まで加える。この溶液について２）①の噴霧操作を行って波長 309.271nm と同時に 371.029nm（イットリウム）の発光強度を測定し、アルミニウムとイットリウムとの発光強度の比を求める。

別に、アルミニウム標準液（20μgAl/mL）0.4～20mL を 100mL のメスフラスコに段階的にとり、イットリウム溶液（50μgY/mL）10mL をそれぞれ加え、２）①の試料と同じ条件になるように酸を加えた後、水を標線まで加える。この溶液について２）①の噴霧操作を行って波長 309.271nm と同時に 371.029nm の発光強度を測定し、アルミニウムの濃度に対するイットリウムの発光強度比の検量線を作成する。この検量線から、試料について得た発光強度比に相当するアルミニウムの量を求め、試料中のアルミニウムの濃度(mgAl/L)を算出する。

注(2) 塩類の濃度が高い試料で検量線法が適用できない場合には、JIS K 0116 の 9.2.1(3)に規定する標準添加法を用いるとよい。ただし、この場合は、試料の種類によらずバックグラウンド補正を行う必要がある。

注(3) 高次のスペクトル線が使用可能な装置では、高次スペクトル線を用いて測定してもよい。

また、精度、正確さを確認してあれば、他の波長を用いてもよい。

注(4) 備考 1.によって準備操作を行い、3-メチル-1-ブタノール層をそのまま噴霧する場合の検量線は、アルミニウム標準液(20μgAl/mL)を適当な濃度(1～4μgAl/mL)に薄め、その 1～5mL を段階的にとり、水で 100mL とした後、試料と同様に備考 1.及び２）①と②の操作を行ってアルミニウム(Al)の量と発光強度との検量線を作成する。

注(5) カルシウム及びマグネシウムを同時に試験する場合には、混合標準液[(20μgCa,10μgMg,20μgAl)/mL]を用いて、それぞれの金属元素の試験条件で検量線を作成するとよい。

### ６．４．１０．４ キノリノール吸光光度法

微酸性にした試料に、塩化ヒドロキシルアンモニウムと 1,10-フェナントロリンを加えて鉄をマスキングした後、8-キノリノール及び酢酸アンモニウムを加え、生成する錯体をクロロホルムで抽出する。シアン化カリウムを含む塩化アンモニウム溶液で洗浄して、アルミニウムとともに抽出された銅、ニッケルなどを除去した後、アルミニウム錯体の吸光度を測定してアルミニウムを定量する。

定量範囲：Al 5～50μg

繰返し分析精度：変動係数で 3～10%

詳細は、JIS K 0102 58.1 に従う。

・操作

① JIS K 0102 5.の操作(1)を行った試料の適量(2)（Al として 5～50μg を含む）をとり、塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液（100g/L）1mL と、1,10-フェナントロリン溶液（1g/L）5mL を加えて振り混ぜ、アンモニア水（1+2）を滴加して pH を約 3.5(3)に調節する。

② 水を加えて液量約 80mL とした後、約 15 分間放置する。

③ キノリノール溶液（10g/L）3mL と酢酸アンモニウム溶液（150g/L）10mL とを加え、アンモニア水（1+2）を滴加して pH を 5.2～5.5(4)に調節する。

④ この溶液を分液漏斗に移し、水を加えて液量を約 100mL とした後、クロロホルム 10mL を加え、約 1 分間激しく振り混ぜて放置する。

⑤　クロロホルム層を分離して、別の分液漏斗に移し入れ、シアン化カリウム-塩化アンモニウム溶液 25mL を加え、振り混ぜて放置する。

⑥　クロロホルム層を 30mL の共栓試験管に入れ、硫酸ナトリウム約 1g を加えて軽く振り混ぜて水分を除く。

⑦ クロロホルム層の一部を吸収セルに移し、クロロホルムを対照液として波長 390nm 付近の吸光度を測定する。

⑧ 空試験として、水約 70mL をとり、①～⑦の操作を行って吸光度を測定し、試料について得た吸光度を補正する。

⑨ 検量線からアルミニウムの量を求め、試料中のアルミニウムの濃度（mgAl/L）を算出する。

・検量線　アルミニウム標準液（1μgAl/mL）5～50mL を分液漏斗に段階的にとり、水を加えて液量約 70mL とし、以下①～⑧の操作を行ってアルミニウム（Al）の量と吸光度との検量線を作成する。

注(1)　JIS K 0102 5.のうち 5.3 の方法は用いない。有機物が少ない試料の場合には、試料 100mL につき塩酸 5mL を加え、静かに加熱して液量が約 1/5 になるまで濃縮してもよい。

注(2)　一般に試料は 50～100mL とし、最大 500mL まで用いてもよい。

注(3)　ブロモフェノールブルー指示薬を用いる。

注(4)　ブロモクレゾールグリーン指示薬を用いる。pH が 5.2～5.5 の範囲にならないときは、塩酸（1+2）またはアンモニア水（1+2）を用いて調節する。

備考 2.　フッ化物イオンが試料に含まれる場合には、フッ化物イオン 0.5mg に対し硫酸ベリリウム 36mg を加えておけば、妨害を防ぐことができる。

備考 3.　クロムが存在する場合には、pH5.2～5.5 における抽出はできるだけ低温で行う。氷水で冷却するとよい。

備考 4.　マンガンが多量に含まれる場合には、錯体を抽出したクロロホルム溶液を、塩化ヒドロキシルアンモニウムを加えた pH7 以下の酢酸-酢酸アンモニウム溶液で洗浄してマンガンを除去する。

備考 5. チタン、モリブデンなどが含まれている場合には、③の操作で、銅、ニッケル、コバルトなどを除いた後、更に pH10 のアンモニアアルカリ性塩化アンモニウム溶液（50g/L）25mL に過酸化水素（30%）2mL を加えた溶液でクロロホルム層を洗浄する。

備考 6. この方法では、鉄 0.45mg までの存在は影響ない。

備考７. アルミニウムと鉄を同時に定量する場合には、次のように操作する。①の塩化ヒドロキシルアンモニウム溶液(100g/L)1mL と 1,10-フェナントロリン溶液(1g/L)5mL を加える操作を省略し、以下、②～⑦の操作を行って波長 390nm 付近の吸光度 A と 470nm 付近の吸光度 B を測定する。

別に空試験として、水約 80mL をとり、③～⑦の操作を行って試料について得た吸光度 A 及び吸光度 B を補正し、それぞれ吸光度 A’及び B’とする。波長 470nm 付近の鉄(Ⅲ)の検量線から吸光度 B’に相当する鉄(Ⅲ)の量を求め、鉄の濃度(mgFe/L)を算出する。

また、吸光度 B’に相当する鉄(Ⅲ)の量を波長 390nm 付近の鉄(Ⅲ)の検量線に適用して、波長 390nm 付近での鉄(Ⅲ)による吸光度 C を差し引き、波長 390nm 付近のアルミニウムによる吸光度 D を求める。

吸光度 D を用い、波長 390nm 付近のアルミニウムの検量線からアルミニウムの量を求め、試料中のアルミニウムの濃度(mgAl/L)を算出する。

・検量線

アルミニウム標準液(1μgAl/mL)5～50mL を分液漏斗に段階的にとり、水を加えて液量約 80mL とし、③～⑥の操作を行って波長 390nm 付近の吸光度を測定する。別に、鉄(Ⅲ)標準液(10μgFe/mL)(※)0.5～10mL を分液漏斗に段階的にとり、水を加えて液量約 80mL とし、③～⑥の操作を行って波長 470nm 付近及び波長 390nm 付近の吸光度を測定する。空試験として水約 80mL をとり③～⑥の操作を行って、波長 470nm 付近及び波長 390nm 付近の吸光度を測定し、アルミニウム標準液及び鉄(Ⅲ)標準液について得た吸光度を補正する。アルミニウム(Al)の量と波長 390nm 付近の吸光度、鉄(Fe)の量と波長 470nm 付近の吸光度及び波長 390nm 付近の吸光度との検量線を作成する。

注(※)　鉄(Ⅲ)標準液(10μgFe/mL)　JIS K 8982 に規定する硫酸アンモニウム鉄(Ⅲ)・12 水 8.63g をとり、硫酸(1+1)20mL と水を加えて溶かし、1000mL のメスフラスコに移し入れ、水を標線まで加える。この溶液を鉄(Ⅲ)標準液(1mgFe/mL)とし、その 10mL を 1000mL のメスフラスコにとり、硫酸(1+1)10mL を加えた後、水を標線まで加える。

## ６．４．１１　硝酸イオン（$NO_3^-$）

硝酸イオンの定量にはイオンクロマトグラフ法、銅・カドミウムカラム還元-ナフチルエチレンジアミン吸光光度法を適用する。

### ６．４．１１．１　イオンクロマトグラフ法

６．４．４．２に同じ。

本法の定量下限は 0.01mg/L で、定量下限付近における測定精度は、変動係数（ＣＶ）が 10%以下になるように測定条件を設定する。

・操作

１）　前処理　６．４．４．２に準ずる。

２）　分析　　６．４．４．２に順ずる。

・ 検量線　硝酸態窒素標準液 0,0.2～100mL を段階的に数個の 100mL のメスフラスコにとり、各々に水を加えて 100mL とする。以下　２）と同様に操作し、硝酸態窒素の濃度(mg/L)とピーク高さ、又はピーク面積との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。

・ 濃度の計算　２）で求めた検水のピーク高さ又はピーク面積の検量線に照らして硝酸態窒素の濃度 a（mg/L）を求め、次式によって試料 1L 中の硝酸態窒素の濃度を算出する。

硝酸態窒素（Nmg/L）= a（mg/L）× 希釈倍率

### ６．４．１１．２　銅・カドミウムカラム還元-ナフチルエチレンジアミン吸光光度法

試料中の硝酸イオンを銅・カドミウムカラムによって還元して亜硝酸イオンとし、ナフチルエチレンジアミン吸光光度法によって定量し、硝酸イオンの濃度を求める。

定量範囲：$NO_3^-$ 0.8～8μg

繰返し分析精度：変動係数で 3～10%

詳細は、JIS K 0102 43.2.3 に従う。

・操作

１）試料をグラスファイバーフィルターでろ過し、初めのろ液（約 50mL）は捨てる[2][3]。その後のろ液の適量（$NO_3^-$として 8μg 以上、$NO_2^-$及び $NO_3^-$の合量が $NO_3^-$として 80μg 以下を含む。）を 100mL のメスフラスコにとる。

２）これに塩化アンモニウム-アンモニア溶液 10mL を加え、さらに、水を標線まで加えて還元用溶液とする。

3）上部の円筒形分液漏斗に還元用溶液を入れ、銅・カドミウムカラム内の液面を充てん剤よりわずかに上部に保ちながら約 10mL/min で流下させ、流出液 30mL を捨てる。還元用溶液を追加し、同様に流下させ、その後の 30mL をメスシリンダー50mL に集める。

4）この流出液から 10mL を共栓試験管にとり、６．４．１２．２．２）および３）の操作を行う。

5）空試験として、水を 100mL のメスフラスコにとり、２）～４）の操作を行って吸光度を測定し、試料について得た吸光度を補正する。

6）検量線から４）での流出液 10mL 中の硝酸イオンの量を求め、試料中の硝酸イオンの濃度（亜硝酸イオン及び硝酸イオンの合量の濃度（硝酸イオン換算量））（$mgNO_3^-/L$）を算出する。

7）別に６．４．１２．２によって試料中の亜硝酸イオンの濃度（$mgNO_2^-/L$）を算出する。

8）次式によって試料中の硝酸イオン濃度（$mgNO_3^-/L$）を算出する。

$$N=a-b\times1.348$$

ここに、N：硝酸イオン（$mgNO_3^-/L$）

a：６）で算出した試料中の亜硝酸イオン及び硝酸イオンの合量（$mgNO_3^-/L$）

b：７）で求めた試料中の亜硝酸イオン（$mgNO_2^-/L$ ）

1.348：亜硝酸イオンを硝酸イオンの相当量に換算するときの係数（62.00／46.01）

・ 検量線　硝酸イオン標準液（10μg$NO_3^-$/mL）0.8～8mL を 100mL のメスフラスコに段階的にとり、２）～５）の操作を行って硝酸イオン（$NO_3^-$）の量と吸光度との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。

注(2)　注(1)による。ただし、凝集沈澱処理しても色が残る場合にはこの方法を適用することはできない。このような場合には６．４．１１．１によって定量する。

注(3)　酸化性物質及び還元性物質は妨害するので、あらかじめ除去する。残量塩素などの酸化性物質が共存する場合には、当量の亜硫酸ナトリウム溶液(6.3g/L)または亜ひ酸ナトリウム溶液（JIS K 8044 に規定する三酸化二ひ素 0.5g を水酸化ナトリウム溶液（40g/L）5mL に溶かした後、塩酸（1+11）6mL を加え水で 100mL とする）を加えた後に試験を行う。

また、亜硫酸イオンなどの還元性物質が共存する場合には、弱アルカリ性にして当量の過酸化水素（1+100）を加えた後に試験を行う。

## ６．４．１２　亜硝酸イオン($NO_2^-$)

亜硝酸イオンの定量にはイオンクロマトグラフ法又はナフチルエチレンジアミン吸光光度法を適用する。

### ６．４．１２．１ イオンクロマトグラフ法

６．４．４．２に同じ。本法の定量下限は 0.01mg/L で、定量下限付近における測定精度は、ＣＶ（変動係数）が 10%以下になるように測定条件を設定する。

・操作

１）　前処理　６．４．４．２に同じ。

２）　分析　　６．４．４．２に同じ。

・検量線　亜硝酸態窒素標準液 0,0.2～100mL を段階的に 100mL のメスフラスコにとり、各々に水を加えて 100mL とする。以下 ２）と同様に操作し、亜硝酸態窒素の濃度(mg/L)とピーク高さ又はピーク面積との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。

・濃度の計算　２）で求めた検水のピーク高さ又はピーク面積の検量線に照らして亜硝酸態窒素の濃度 a（mg/L）を求め、次式によって試料 1L 中の亜硝酸態窒素の濃度を算出する。

亜硝酸態窒素（Nmg/L）= a（mg/L）× 希釈倍率

### ６．４．１２．２　ナフチルエチレンジアミン吸光光度法

試料にスルファニアミド（4-アミノベンゼンスルホンアミド）を加え、これを亜硝酸イオンによってジアゾ化し、N-1-ナフチルエチレンジアミン（二塩化 N-1-ナフチルエチレンジアンモニウム）を加えて生じる赤色のアゾ化合物の吸光度を測定して亜硝酸イオンを定量する。

定量範囲：$NO_2^-$ 0.6～6μg

繰返し分析精度：変動係数で 3～10%

詳細は、JIS K 0102 43.1.1 に従う。

・操作

１）試料をグラスファイバーフィルターでろ過し、初めのろ液（約 50mL）は捨て、その後のろ液(1)の適量（$NO_2^-$ として 0.6～6μg を含む）を 10mL のメスシリンダー（有栓形）にとり、水を加えて 10mL とする。

２）４-アミノベンゼンスルホンアミド溶液 1mL を加えて振り混ぜ、約 5 分間放置した後、二塩化 N-1 ナフチルエチレンジアンモニウム溶液 1mL を加えて振り混ぜ、室温で約 20 分間放置する。

３）溶液の一部を吸収セルに移し、波長 540nm 付近の吸光度を測定する。

４）空試験として、水 10mL を 10mL のメスシリンダー（有栓形）にとり、２）および３）の操作を行って吸光度を測定し、試料について得た吸光度を補正する。

５) 検量線から亜硝酸イオンの量を求め、試料中の亜硝酸イオンの濃度（mg$NO_2^-$/L）を算出する。

・ 検量線　亜硝酸イオン標準液（2μg $NO_2^-$/mL）3～30mL を段階的に 100mL のメスフラスコにとり、水を標線まで加える。その中からそれぞれ 10mL を 10mL のメスシリンダー（有栓形）にとり、２）～４）の操作を行って亜硝酸イオン（$NO_2^-$）の量と吸光度との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。

注(1)　ろ過しても、色、濁りが残る場合には、JIS K 0101 の 36.アンモニウムイオン 36.1.1 凝集沈殿法(3)操作（3.1）の硫酸亜鉛による凝集沈殿法、又は硫酸アルミニウム凝集沈殿法によって除去する。硫酸アルミニウム凝集沈殿法は、試料 100mL につき硫酸カリウムアルミニウム溶液（JIS K 8255 に規定する硫酸カリウムアルミニウム・12 水 5g を水に溶かして 100mL とする）2mL 及び水酸化ナトリウム溶液（40g/L）を加えて水酸化アルミニウムのフロックを生成させ、数分間放置した後、ろ過（初めのろ液約 20mL は捨てる）して透明な溶液とする。凝集沈澱処理すると水酸化アルミニウムに亜硝酸イオンが一部吸着されて発色が低下するので、別に亜硝酸イオン標準液（2μg$NO_2^-$/mL）を段階的にとり、同様に処理したものを用いて検量線を作成し定量する。

## ６．４．１３　硫酸イオン（$SO_4^{2-}$）

硫酸イオンの定量には、イオンクロマトグラフ法又は比濁法（クロム酸バリウム吸光光度法）を適用する。

### ６．４．１３．１ イオンクロマトグラフ法

６．４．４．２に同じ。本法の定量下限は 0.2mg/L で、定量下限付近における測定精度は変動係数（ＣＶ）が 10%以下になるように測定条件を設定する。

・操作

１）　前処理　６．４．４．２に準ずる。

２）　分析　　６．４．４．２に準ずる。

・検量線　硫酸イオン標準液 0,0.2～100mL を段階的に 100mL のメスフラスコにとり、各々に水を加えて 100mL とする。以下２）と同様に操作し、硫酸イオン濃度(mg/L)とピーク高さ又はピーク面積との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。

・濃度の計算　２）で求めた検水のピーク高さ、又はピーク面積の検量線に照らして硫酸イオン濃度 a（mg/L）を求め、次式によって試料 1L 中の硫酸イオン濃度を算出する。

**硫酸イオン($SO_4^{2-}$mg/L) = a (mg/L)×希釈倍率**

### ６．４．１３．２　比濁法（クロム酸バリウム吸光光度法）

試料にクロム酸バリウムの酸懸濁液を加えて硫酸バリウムを沈殿させ、次に、カルシウムイオンを含むアンモニア水とエタノールとを加え、過剰のクロム酸バリウムを沈殿させ、遠心分離する。

硫酸イオンと置換して生じたクロム酸イオンの黄色の吸光度を測定して硫酸イオンを定量する。

定量範囲：　$SO_4^{2-}$　50～500μg

繰返し分析精度：変動係数で 3～10%

詳細は、JIS K 0102 41.1 に従う

・操作　操作は、次のとおり行う

１）試料 10mL（$SO_4^{2-}$として 50～500μg を含む）を遠沈管にとり、20～30℃に保つ。これに 20～30℃に保ったクロム酸バリウムの酸懸濁液 4mL を加えて振り混ぜ、2～3 分間放置する。

2)カルシウムを含むアンモニア水の上澄み液 1mL をビュレット又はピペットで静かに加えて混ぜ、さらに、エタノール(95%)10mL を加えて 1 分間振り混ぜた後、約 10 分間放置する。

3）これを遠心分離して、その上澄みを吸収セルにとり、波長 370nm 付近の吸光度を測定する。

4）空試験として、水 10mL をとり、１）～３）の操作を行って吸光度を測定し、試料について得た吸光度を補正する。

5）検量線から硫酸イオンの量を求め、試料中の硫酸イオンの濃度（mg $SO_4^{2-}$/L）を算出する。

・検量線　硫酸イオン標準液（0.1mg $SO_4^{2-}$/mL）0.5～5mL を遠沈管に段階的にとり水で 10mL とした後、１）～４）の操作を行って硫酸イオン（$SO_4^{2-}$）の量と吸光度と検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。

## ６．４．１４ 塩化物イオン（Cl-）

塩化物イオンの定量には、イオンクロマトグラフ法又は硝酸銀滴定法を適用する。

### ６．４．１４．１ イオンクロマトグラフ法

６．４．４．２に同じ。本法の定量下限は 0.2mg/L で、定量下限付近における測定精度は、ＣＶ（変動係数）が 10%以下になるように測定条件を設定する。

・操作

１） 前処理　　６．４．４．２に準ずる。

２） 分析　　６．４．４．２に準ずる。

・検量線　塩化物イオン標準液 0,0.2～40mL を 100mL のメスフラスコにとり、各々に水を加えて 100mL とする。以下２）と同様に操作し、塩化物イオン濃度(mg/L)とピーク高さ、またはピーク面積との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。

・濃度の計算　２）で求めた検水のピーク高さ又はピーク面積の検量線に照らして塩化物イオン濃度 a（mg/L）を求め、次式によって試料 1L 中の塩化物イオン濃度を算出する。

**塩化物イオン($Cl^-$mg/L) = a (mg/L)×希釈倍率**

### ６．４．１４．２ 硝酸銀滴定法

試料のｐＨを約７に調節し、ウラニン（フルオレセインナトリウム）[9-(2-カルボキシフェニル)-6-ヒドロキシ-3H-キサンテン-3-オン二ナトリウム塩]溶液を指示薬として、硝酸銀溶液で滴定して塩化物イオンを定量する。

定量範囲： $Cl^-$ 1mg 以上

詳細は、JIS K 0102 35.1 に従う。

・操作

操作は、次のとおり行う。

１）試料 50ml（$Cl^-$20mg 以上を含む場合には適量をとり、水を加えて 50mL とする）をビーカーにとる。

２）試料が酸性の場合には、炭酸ナトリウム溶液(50g/L)で、また、アルカリ性の場合には硝酸(1+65)を用いて pH を約 7 に調節する。

３）デキストリン溶液 5mL 及びフルオレセインナトリウム溶液(2g/L)を 1,2 滴加えてかき混ぜる。

4）静かにかき混ぜながら 40mmol/L 硝酸銀溶液で滴定する。黄緑の蛍光が消失してわずかに赤くなったときを終点とする。

5）次式によって試料中の塩化物イオン濃度（mg $Cl^-$/L）を算出する。

$$C = a \times f \times \frac{1000}{V} \times 1.418$$

ここに、C：塩化物イオン（mg $Cl^-$/L）

a：滴定に要した 40mmol/L 硝酸銀溶液（mL）

f：40mmol/L 硝酸銀溶液のファクター

V：試料（mL）

1.418：40mmol/L 硝酸銀溶液 1mL の塩化物イオン相当量（mg）

注）塩化物イオン濃度が低い場合は、検水を蒸発させて 10 倍濃縮し、上記操作を行う。

## ６．４．１５ りん酸イオン（$PO_4^{3-}$）

りん酸イオンの定量には、モリブデン青（アスコルビン酸還元）吸光光度法を適用する。

### ６．４．１５．１ モリブデン青（アスコルビン酸還元）吸光光度法

りん酸イオンが七モリブデン酸六アンモニウム及びタルトラトアンチモン（Ⅲ）酸カリウムと反応して生成するヘテロポリ化合物をL(+)-アスコルビン酸で還元し、生成したモリブデン青の吸光度を測定してりん酸イオンを定量する。

定量範囲：$PO_4^{3-}$ 2.5～75μg

繰返し分析精度：変動係数で2～10%

詳細は、JIS K 0102 46.1.1に従う。

・操作

操作は次のとおり行う。

１）試料の適量（$PO_4^{3-}$として2.5～75μgを含む）を25mLのメスシリンダー（有栓形）にとり、水を25mLの標線まで加える。

２)モリブデン酸アンモニウム-アスコルビン酸混合溶液2mLを加えて振り混ぜた後、20～40℃で、約15分間放置する。

３）溶液の一部を吸収セルに移し、波長880nm付近の吸光度を測定する。

４）空試験として、水 25ml をとり、２）及び３）の操作を行って吸光度を測定し、試料について得た吸光度を補正する。

５）検量線からりん酸イオンの量を求め、試料中のりん酸イオンの濃度（mg $PO_4^{3-}$/L）を算出する。

・検量線　りん酸イオン標準液（5μg $PO_4^{3-}$/mL）0.5～15mLを25mLのメスシリンダー（有栓形）に段階的にとり、１）～４）の操作を行ってりん酸イオン（$PO_4^{3-}$）の量と吸光度との検量線を作成する。検量線の作成は６．１に従い、検液測定時に行う。

## ６．４．１６ 溶解性有機態炭素（DOC）

溶解性有機態炭素の定量には、燃焼酸化-赤外線式 TOC 自動計測法又は湿式酸化法を適用する。

### ６．４．１６．１　燃焼酸化-赤外線式 TOC 自動計測法

計測器へ連続的に供給した試料に、酸を加えてｐＨを 2 以下にし、通気して無機態炭素を除去した後、その一定量をキャリヤーガスとともに高温の全炭素測定管に送り込み、有機物中の炭素を二酸化炭素としその濃度を非分散型赤外線ガス分析計で測定して溶解性有機態炭素（DOC）の濃度を求める。

定量範囲：C　0.05～150㎎/L（装置の形式によって異なる）

繰返し分析精度：変動係数（ＣＶ）で 3～10%

詳細は、JIS K 0102 22.2 に従う。

・準備操作　準備操作は次のとおり行う。

１）試料を計測器に供給して、指示値が安定したことを確認する。

２）指示値から、試料中の溶解性有機態炭素（DOC）の濃度（㎎C/L）を求める。

### ６．４．１６．２　湿式酸化法

溶解性有機態炭素を二酸化炭素とする方式には、燃焼酸化方式のほかに酸化剤（ペルオキソ二硫酸塩）を添加して、高圧高温下で湿式酸化分解（例えば、約 2Mpa 200℃）する方式がある。この方式には、試料のｐＨを 2 以下とし、ばっ気して無機態炭素を除去した後に測定する方式と、試料を酸性にし酸化剤を加えて全炭素を定量して、別に試料を酸性にし有機物が分解されない温度（約 130℃）で無機態炭素を定量して全炭素の量から無機態炭素の量を差し引いて溶解性有機態炭素の量を求める方式の二種類がある。

JIS K 0102 22.2 備考 4 に従う。

## ６．４．１７ 化学的酸素要求量（$COD_{Mn}$）

100℃における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量を測定する。

（解説）

試料を硫酸酸性とし、酸化剤として過マンガン酸カリウムを加え、沸騰水浴中で 30 分間反応させ、そのとき消費した過マンガン酸の量を求め、相当する酸素の量（mgO/L）で表す。

定量範囲：$COD_{Mn}$ 0.5～11mgO/L

詳細は、JIS K 0102 17 に従う。

・操作

操作は、次のとおりに行う。

１）試料(1)の適量(2)を 300mL の三角フラスコにとり、水を加えて 100mL とし、振り混ぜながら硝酸銀溶液（200g/L）5mL(3)(4)と硫酸(1+2)10mL を加える。

２）5mmol/L 過マンガン酸カリウム溶液 10mL を加えて振り混ぜ、直ちに沸騰水浴中に入れ(5)(6)、30 分間加熱する(7)。

３）水浴から取り出し、しゅう酸ナトリウム溶液（12.5mmol/L）10mL を加えて振り混ぜ、よく反応させる(8)。

４）溶液を約 60℃に保ち、5mmol/L 過マンガン酸カリウム溶液でわずかに赤い色を呈するまで滴定する。

５）別に、水 100mL を 300mL の三角フラスコにとり、１）～４）の操作を行う(9)。

６）次の式によって $COD_{Mn}$(mgO/L)を算出する。

$$COD_{Mn} = (a-b)\times f\times \frac{1000}{V} \times 0.2$$

ここに、$COD_{Mn}$： 100℃における過マンガン酸カリウムによる酸素消費量(mgO/L)

a： 滴定に要した 5mmol/L 過マンガン酸カリウム溶液(mL)

b： 水を用いた試験の滴定に要した 5mmol/L 過マンガン酸カリウム溶液(mL)

f： 5mmol/L 過マンガン酸カリウム溶液のファクター

V： 試料(mL)

0.2： 5mmol/L 過マンガン酸カリウム溶液の 1mL の酸素相当量(g)

注(1) 懸濁物を含む場合には、よく振り混ぜて均一にした後、手早く採取する。

注(2) 30 分間熱した後の 5mmol/L 過マンガン酸カリウム溶液の残留量が 4.5～6.5mL になるような量。ただし、試料の $COD_{Mn}$ が 10mgO/L 以下の場合には、100mL とする。

試料の適量は予備試験を行って決める。

$COD_{Mn}$の概略値がわかっている場合には、次の式によって試料の適量（VmL）を求めることができる。

$$V=4.5（または3.5〜5.5）\times \frac{1000\times 0.2}{試料の\ COD_{Mn}\ 予想値(mg0\ /L)}$$

ここに、V：試料の採取量(ml)

4.5（又は3.5〜5.5）：5mmol/L過マンガン酸カリウム溶液の反応予想量(mL)

0.2：5mmol/L過マンガン酸カリウム溶液1mLの酸素相当量(mg)

注(3) 硝酸銀溶液(200g/L)に代え、これに対応する硝酸銀の粉末を加えてもよい。

注(4) 試料中に塩化物イオンが存在する場合は当量になるまで加え、更に5mLを加える。ただし、塩化物イオンが多く、硝酸銀溶液（200g/L）10mL以上を必要とする場合には、硝酸銀溶液（500g/L）を用いて当量よりも2mL過剰に加えるか、又は粉末にした硝酸銀を当量よりも1g過剰に加え、更に水5mLを加える。

塩化物イオン1gに対する硝酸銀($AgNO_3$)の当量は4.8gである。通常の海水[塩化物イオン(18g/L)]100mLと当量の硝酸銀は8.64gで、添加量は9.6gとなる。

注(5) 多数の試料を一度に入れると、水浴の沸騰が止まるおそれがあるだけでなく、取り出したときのしゅう酸ナトリウム溶液（12.5mmol/L）の添加操作の所要時間だけ加熱時間のずれが生じるおそれがある。その所要時間だけの間隔をおいて入れるとよい。

注(6) 三角フラスコが倒れないように、その首に鉛製、鉄製などのリング状のおもりをつける。

注(7) このとき、三角フラスコ300mL中の試料の液面は沸騰水浴の水面下になるように保つ。

注(8) 塩化銀に酸化マンガン(IV)が混入し、反応にやや時間を要することがある。

注(9) 塩化物イオンの多い試料に硝酸銀溶液(200g/L)5mL以上を加えた場合も、この操作では硝酸銀溶液（200g/L）5mLを用いる。

## ６．４．１８ クロロフィル量（Chl-a）

| |
|---|
| クロロフィルは、SCOR/UNESCO 法（アセトン抽出による吸光光度法）を適用する。 |

（解説）

クロロフィルとは、光合成を行う生物中に存在する葉緑体に含まれ、マグネシウムを含んだ緑色色素である。

### ６．４．１８．１ 試料の採取及び保管

水で洗浄したポリエチレンびんに採取し、できるだけ速やかに試験する。速やかに試験ができない場合は、前処理のろ過操作までを行い、フィルター上の沈殿物を-20℃で凍結して保管し、3 週間以内に試験する。

注）クロロフィルの抽出溶液は光によって変化しやすいので、ろ過、抽出の試験操作は直射日光を避けて行う。

### ６．４．１８．２ SCOR/UNESCO 法（アセトン抽出による吸光光度法）

検水をろ過し、フィルター上の沈殿物中のクロロフィルをアセトンで抽出し、吸光光度法により波長 750nm，663nm，645nm，630nm の吸光度を測定し、クロロフィル a の濃度を求める。

定量下限値：クロロフィル a として 2μg/L

測定精度：定量下限値付近は変動係数（ＣＶ）約 20%

詳細は、上水試験方法 20 に従う。

・操作

１）前処理　検水 1L またはその適量（クロロフィル a として 2～20μg を含む量）に炭酸マグネシウム懸濁液 1mL を加え、よく振り混ぜた後グラスファイバーフィルター（直径 47mm，ろ過径 1μm 程度）で吸引ろ過する。ろ過が終了してもしばらくは吸引を続け、フィルター上の水分を完全に除く。

２）沈殿物をろ過したフィルターを乳鉢に入れ、アセトン溶液 2～3mL を加えてすりつぶす。十分にすりつぶした後、容量 15mL の刻線付共栓遠心沈殿管に移し、更にアセトン溶液 2～3mL で乳鉢を数回洗い、洗液も遠心沈殿管に合わせ、アセトン溶液の全量を約 12mL にする。

３）遠心沈殿管は栓をして 1 時間冷暗所に静置後、1500×g 程度で 10 分間遠心分離を行い、上澄み液を 20mL のメスシリンダー（有栓形）20mL に取り、これを検液とする。

４）検液の一部を吸収セル(50mm)に採り、アセトン溶液を対照とし、分光光度計を用いて波長 750nm，663nm，645nm，630nm における吸光度をそれぞれ測定する。

5）空試験としてアセトン溶液にて、それぞれの波長で吸光度を測定しておき、試料について得た吸光度を補正する。

注）波長 750nm における吸光度が、吸収セル 10mm 当たり 0.005 以上のときは、検液が濁っているため、吸収セルおよびメスシリンダー中の検液を遠心沈殿管に戻し、精製アセトン数滴を加えて再び遠心分離を行い、上澄液を 20mL のメスシリンダーに移し、これを検液として上記の方法によって吸光度を測定する。

6）濃度の計算　4）で求めた 663nm，645nm，630nm の吸光度から 750nm の吸光度を差し引き、吸収セル 10mm あたりに換算したときの値を $e_{663}$，$e_{645}$，$e_{630}$ とし、次式によって検液 1L 中のクロロフィル量を求める。

クロロフィル a(aμg) = 11.64 $e_{663}$ - 2.16 $e_{645}$ + 0.10 $e_{630}$

したがって、試料 1L 中のクロロフィル a の mg 量は次式によって算出する。

$$\text{クロロフィル a（mg/L）} = \frac{\text{a}\times\text{検液 mL}}{1000} \times \frac{1000}{\text{検水 mL}}$$

## ７．底質の分析

### ７．１　間隙水化学分析の前処理

得られた採泥層の厚さが 150㎜ 以上の場合は、表層を 0～10㎜、中層を 70～80㎜、底層（還元層）を 140～150㎜ とする。

得られた採泥層の厚さが 100㎜ の場合、表層を 0～10㎜（酸化層）、中層を 40～50㎜、底層を 90～100㎜ とする。それぞれの層毎に間隙水の測定を行う。得られた間隙水の量が少ない場合、間隔を 20㎜ とするかまたはもう１本コアを採泥し、間隙水を混合する。

ナイフなどを使って各層を切りとる前に、円筒の上部からサイフォンまたは注射器で上水を吸い出し捨てる。円筒内の試料を押し出すため、ゴム栓付きの押し出し棒を使用する。遠心分離器の回転数は最低 4000rpm 以上とする。その後出来るだけ空気に触れないように、堆積物の間隙水を上澄み液として化学分析用に注射器で吸い取る。間隙水サンプルをすぐに測定出来ない時は、GF/C(Whatman)でろ過し冷蔵保存する。

残りの底質試料及び分析後の間隙水試料については、ガラスビンあるいはポリエチレンビンにて冷凍保存する。

### ７．２　分析・定量

分析項目と分析方法を表－７．１に示す。

$NO_3^-$、$NH_4^+$、$SO_4^{2-}$の間隙水分析を行うにあたり、測定の毎に検量線の作成を行う。

検量線作成にあたっては、各分析項目毎に、濃度を数段階取り作成する。

測定は同濃度について 3 回（ｎ＝３）の測定を行う。これにより下記１）～６）の値を求める。

なお、検量線の範囲内の濃度で測定する。検量線をはずれた場合は、適当な濃度に希釈して測定する。

１）最大値$(X_1)=X_{max}$　　２）最小値$(X_2)=X_{min}$

３）範囲 R＝｜$X_1-X_2$｜　　４）平均値$(X)=\dfrac{m_1+m_2+m_3}{3}$

５）標準偏差 $(s)=\sqrt{\dfrac{S}{2}}$

ここで、$S=\sum_{i=1}^{3}X_i^{\,2}-(\sum_{i=1}^{3}X_i)^2/3$　　$S$：偏差平方和

６）変動係数$(CV\%)=(s/X)\times 100\%$

なお分析結果については、「８．測定データのまとめ方」にしたがってデータをまとめ「９．結果の報告」にしたがって結果報告を行う。報告書は、「Ⅲ　報告書式および様式」にしたがって作成する。

**表－７．１　底質とその間隙水の望ましい分析方法**

| 調査対象 | 調査項目 | 分析方法 |
|---|---|---|
| 間隙水 | $NO_3^-$ | イオンクロマトグラフ法又は分光光度法 |
| | $NH_4^+$ | イオンクロマトグラフ法又は分光光度法<br>（インドフェノール青吸光光度法） |
| | $SO_4^{2-}$ | イオンクロマトグラフ法又は比濁法 |
| 底質 | Pb | 酸抽出後に黒鉛炉付き原子吸光光度法,<br>ICP-発光分析法または ICP-質量分析法 |
| | 堆積年代測定 | Pb-210 法(Pb-210:γ線分光測定法) |
| | S(硫黄安定同位体比) | イオン化による同位体質量分析法 |

## ７．３ 留意事項

底質の採取場所及び採取深度を明記する。底質直上の温度及び酸素濃度が測定されていることが望ましい（底層水のサンプリング方法による)。使用した採泥器の種類、名称、円筒の内径を明記する。

備考：ここで言う底質の分析とは、底質試料の間隙水分析であり、底質そのものの分析（底質中の珪藻分析など）については未定稿である。

## ８．測定データのまとめ方

精度管理目標値は調査目的によって異なる。ＤＱＯ値（管理目標値）はプログラムで要求される望ましい正確さ及び精度を与えるものである。陸水モニタリングの主たる目的は、陸水水質の経年変化の把握及び水質変動モデルの検証であると考えられる。これらの目的のためにはＤＱＯ値は湿性沈着モニタリングにおけるものと同じ値が準用されることが望まれる。この目標値を達成するため、「１０．ＱＡ／ＱＣ活動の実施」に述べるＱＡ／ＱＣ活動を行う必要がある。試料採取及び分析担当機関は、このＤＱＯ値を達成するように努力することが期待される。

### ８．１　有効試料の判定

個々の測定値は、次に述べる検出下限，定量下限値、標準参照試料の測定、繰り返し測定，平均値比率測定などのＤＱＯ値、およびイオンバランス（$R_1$）、ＥＣの計算値と測定値の比較（$R_2$）などの基準によりチェックを行い、必要であれば再度分析を行って測定値を再確認する。なお、各イオンの濃度やその標準偏差が、今までに測定した実績値から大きく外れている場合は、その原因を調べる必要がある。

１）検出下限,定量下限値の基準

陸水中のイオン種の濃度測定に用いる測定方法（イオンクロマトグラフ法、吸光光度法、原子吸光光度法）に関し、検量線作成時の最低濃度（定量下限値付近）の標準溶液について、所定の操作により 5 回以上繰り返し測定を行い、そのときの標準偏差（ｓ）を算出し、次式のようにその 3 倍を検出下限値、10 倍を定量下限値とする。（ｓの単位はそれぞれの測定成分の濃度の単位とする）

検出下限値 ＝ 3 ｓ

定量下限値 ＝ 10 ｓ

定量下限値は、使用する測定機器や条件によって異なるため、機器の分析条件を設定および変更した場合等には、必要に応じて測定し、得られた定量下限値が表－８．１のＤＱＯ値（管理目標値）以下であることを確認する。

**表－８．１　測定成分における検出下限値，定量下限値のＤＱＯ値（管理目標値）**

| 項目 | 検出下限値 | | 定量下限値 | |
|---|---|---|---|---|
| | μmol/L | mg/L | μmol/L | mg/L |
| $SO_4^{2-}$ | 0.3 | 0.03 | 1.0 | 0.10 |
| $NO_3^-$ | 0.5 | 0.03 | 1.5 | 0.10 |
| $Cl^-$ | 0.5 | 0.02 | 1.5 | 0.05 |
| $NH_4^+$ | 0.8 | 0.01 | 3.0 | 0.05 |
| $Na^+$ | 0.3 | 0.01 | 1.0 | 0.03 |
| $K^+$ | 0.3 | 0.01 | 1.0 | 0.04 |
| $Ca^{2+}$ | 0.2 | 0.01 | 0.6 | 0.03 |
| $Mg^{2+}$ | 0.3 | 0.01 | 1.0 | 0.03 |
| $NO_2^-$ | 0.3 | 0.01 | － | － |
| $PO_4^{3-}$ | 0.2 | 0.01 | － | － |
| ｐＨ | ＲＭによる繰り返し測定の値が ±0.05 以内で一致すること。 | | | |
| ＥＣ | 電気伝導率 0.15mS/m(1.5μS/cm)未満の純水について繰り返し測定された値が ±0.02mS/m(0.2μS/cm)以内で一致すること。 | | | |

ＲＭ：模擬陸水として調整した標準参照試料（ワーキングスタンダード）
注）記載のない項目についての管理目標値は特に指定しない。

２）正確さおよび精度の確認と管理基準

検量線を作成する毎に、標準参照試料を同時に測定する。次に試料採取および分析における変動を評価するために、採取した２試料を、それぞれ３回繰り返し測定を行い、それぞれの基準を満足しているか確認する。基準を超える場合は、その原因を取り除き再度測定を行う。

① 標準参照試料の測定基準

下記計算式により、標準参照試料の保証値と測定値の差Ａ（%）が、
表－８．２の正確さのＤＱＯ値（管理目標値）内であることを確認する。

$$A(\%) = (\text{保証値} - \text{分析値}) / \text{保証値} \times 100$$

② 繰り返し測定基準

下記計算式により、試料１、試料２それぞれ３回の繰り返し測定値の変動係数Ｂ（%）が、表－８．２の精度のＤＱＯ値（管理目標値）内であることを確認する。

**Ｂ（%）＝（繰り返し測定の標準偏差）／（繰り返し測定の平均値）×100**

**表－８．２　陸水モニタリングにおけるＤＱＯ値（管理目標値）**
**分析の正確さ及び精度（単位：%）**

| 正確さ | 精度 |
|---|---|
| ±15 | ±15 |

③ 平均値比率基準

下記計算式により、試料１，試料２それぞれ３回の繰り返し測定値の平均値比率Ｃが **0.85～1.15** 内であることを確認する。

**平均値比率＝（試料１の平均値）／（試料２の平均値）**

3）イオンバランス$R_1$の基準

電気的中性の原理により、陸水中の陰イオン当量濃度の合計は、陽イオン当量濃度の合計と等しく、両者の比が１である必要がある。

イオンバランスは、以下の①～④にしたがって計算する。

① 各陰イオンの濃度Ｃ（μeq/L）及びアルカリ度（ＡＬＫ：μeq/L）から、それらの当量濃度（μeq/L）の総和（Ａ）を算出する。アルカリ度は、炭酸水素イオン（$HCO_3^-$）濃度に相当するものとする。

$$A(\mu eq/L) = C(SO_4^{2-}) + C(NO_3^-) + C(Cl^-) + (ALK)$$

② 同様に各陽イオンについて、次式によりその当量濃度（μeq/L）の総和（Ｃ）を算出する。

$$C(\mu eq/L) = 10^{(6-pH)} + C(NH_4^+) + C(Na^+) + C(K^+) + C(Ca^{2+}) + C(Mg^{2+})$$

③ 次式によりイオンバランス（$R_1$）を計算する。

$$R_1 = 100 \times (C - A) / (C + A)$$

④ ③で得られた$R_1$を表－８．３の基準値と比較する。基準が満たされない場合には、再分析や標準試料での確認、検量線の検討などの適切な対応が必要である。

イオンの濃度が(mg/L)表示のときは次式により当量濃度(μeq/L)に変換する。

$$\mu eq/L = (mg/L) \times ( 1000 / グラム当量 )$$

したがって陰イオン、陽イオンの当量濃度の総和は以下のようになる。

$$A(\mu eq/L) = \{ C(SO_4^{2-}) / 48.03 + C(NO_3^-) / 62.01 + C(Cl^-) / 35.45 \} \times 1000 + (ALK)$$

$$C(\mu eq/L) = 10^{(6-pH)} + \{ C(NH_4^+) / 18.04 + C(Na^+) / 22.99 + C(K^+) / 39.10 + C(Ca^{2+}) / 20.04 + C(Mg^{2+}) / 12.16 \} \times 1000$$

ここでＣはかっこ内のイオン濃度（mg/L)、それぞれの定数はグラム当量を示す。

**表－８．３　異なる濃度範囲において$R_1$に関して必要とされる基準**

| (C+A)（μ eq/L) | $R_1$ |
|---|---|
| < 50 | ± 30 |
| 50 ～ 100 | ± 15 |
| > 100 | ± 8 |

４）ＥＣの計算値と測定値の比較$R_2$の基準

希薄な溶液（例えば $10^{-3}$mol／L 未満）では、個々のイオンのモル濃度と（無限大希釈における）モルイオン導電率または当量イオン導電率から、全体のＥＣ（または比伝導率：Λ）を 以下の①～③にしたがって計算する。得られた$R_2$を基準値と比較する。基準が満たされない場合には、再分析や標準試料での確認、検量線の検討など適切な対応が必要である。または結果が基準を満たされなかったことを示すフラッグを記入する。

① 各イオンの当量イオン濃度（μeq/L）に当量イオン導電率を乗じて全体のＥＣ（または比導電率）の計算値（Λcalc）を算出する。すなわち、

$$\Lambda\ calc\ (\mu S/cm) = \{349.7\times10^{(6-pH)} + 80.0\times C(SO_4^{2-}) + 71.5\times C(NO_3^-) + 76.3\times C(Cl^-) + 73.5\times C(NH_4^+) + 50.1\times C(Na^+) + 73.5\times C(K^+) + 59.8\times C(Ca^{2+}) + 53.3\times C(Mg^{2+}) + 44.5\ (ALK)\} / 1000$$

ここでＣは（　）内のイオンの当量イオン濃度（μeq/L)、それぞれの定数は無限大希釈における 25℃での当量イオン導電率（表－８．４参照）である。

アルカリ度（ＡＬＫ：μeq/L）は、炭酸水素イオン（$HCO_3^-$）濃度に相当するものとする。

ＳＩ単位には$\Lambda calc\ (mS/m) = \Lambda\ calc\ (\mu S/cm) \times 1/10$ で換算する。

② 次式により比導電率の計算値と陸水試料の測定値（Λmeas）との比（R2）を計算する。

$$R_2 = 100 \times ( \Lambda\ calc - \Lambda\ meas\ ) / ( \Lambda\ calc + \Lambda\ meas\ )$$

③ ②で得られた$R_2$を表－８．５の基準値と比較する。$R_2$がこの範囲にあるものは、そのまま次のデータの評価を行うが、基準が満たされない場合には、再分析や標準試料での確認、検量線の検討などの適切な対応が必要である。

**表－８．４　陽イオンと陰イオンのグラム当量（eq-wt）と当量イオン導電率（25℃）**

| 陽ｲｵﾝ | ｸﾞﾗﾑ当量 | 当量ｲｵﾝ導電率 λ(S･cm²/eq) | 陰ｲｵﾝ | ｸﾞﾗﾑ当量 | 当量ｲｵﾝ導電率 λ(S･cm²/eq) |
|---|---|---|---|---|---|
| $H^+$ | 1.008 | 349.7 | $Cl^-$ | 35.45 | 76.3 |
| $NH_4^+$ | 18.04 | 73.5 | $NO_3^-$ | 62.01 | 71.5 |
| $Na^+$ | 22.99 | 50.1 | $SO_4^{2-}$ | 48.03 | 80.0 |
| $K^+$ | 39.10 | 73.5 | $HCO_3^-$ | 61.02 | 44.5 |
| $Ca^{2+}$ | 20.04 | 59.8 | $HCOO^-$ | 45.0 | 54.6 |
| $Mg^{2+}$ | 12.16 | 53.3 | $CH_3COO^-$ | 59.1 | 40.9 |
| | | | $F^-$ | 19.00 | 55.5 |
| | | | $Br^-$ | 79.90 | 78.1 |
| | | | $NO_2^-$ | 46.01 | 71.8 |
| | | | $PO_4^{3-}$ | 31.66 | 69.0 |

出典：化学便覧、p.Ⅱ-460、第３版、1984、丸善（東京）

**表－８．５　異なるＥＣ（測定値）範囲において$R_2$に関して必要とされる基準**

| Λ meas, mS／m | $R_2$ |
|---|---|
| ＜ 0.5 | ±20 |
| 0.5 ～ 3 | ±13 |
| ＞ 3 | ± 9 |

## ８．２　数値の丸め方

数値の丸め方は、ＪＩＳＺ８４０１（数値の丸め方）に従う。

１）（ｎ＋１）桁目以下の数値が、ｎ桁目の１単位の１／２未満の場合は切り捨てる。
２）（ｎ＋１）桁目以下の数値が、ｎ桁目の１単位の１／２を超える場合には、ｎ桁目を１単位だけ増す。
３）（ｎ＋１）桁目の数値が、ｎ桁目の１単位の１／２であったことが分かっているかまたは（ｎ＋１）桁目以下の数値が切り捨てたものか切り上げたものか分からない場合には、以下のａ）又はｂ）のようにする。
ａ）ｎ桁目の数値が０，２，４，６，８ならば、切り捨てる
ｂ）ｎ桁目の数値が１，３，５，７，９ならば、ｎ桁目を１単位だけ増す。
４）（ｎ＋１）桁目以下の数値が切り捨てたものか、切り上げたものであることが分かっている場合には、１）又は２）の方法によらなければならない。

例）

① 1.2344 を有効数字３桁に丸めれば、１）の方法により 1.23 となる。
② 1.2501 を有効数字２桁に丸めれば、１）の方法により 1.3 となる。
③ 1.450（この数値は有効数字３桁目が正しく、有効数字２桁目の１単位の 1/2 であることがわかっているか、又は切り上げたものか、わからないとする）を有効数字２桁に丸めれば、３）ａ）の方法により 1.4 となる。
④ 0.0955(この数値は有効数字３桁目が正しく 5 であることがわかっているか、又は切り捨てたものか切り上げたものか、わからないものとする）を有効数字２桁に丸めれば、３）ｂ）の方法により 0.096 となる。
⑤ 2.35（この数値は 2.347 を切り上げたものであるとわかっているものとする）を有効数字２桁に丸めれば、１）の方法により 2.3 となる。
2.45（この数値は 2.452 を切り捨てたものであることがわかっているものとする）を有効数字 2 桁に丸めれば、２）の方法により 2.5 となる。

## ８．３　異常値，欠測値の取扱い

繰り返し測定の結果が大きく異なる場合、イオンバランスやＥＣの測定値と計算値の比が基準から大きく外れる場合は、測定値の信頼性に問題があるため再測定を行う。再測定しても外れる場合は、測定分析結果表に下記に示すフラグをたてる。明らかに試料に汚染が認められる場合には欠測扱いとする。

このような問題が起こると、多大な労力、時間、コストがかかるだけでなく、異常値や欠測値が多くなると調査結果全体の評価に影響するため、事前のチェックを十分に行って、異常値や欠測値を出さないように注意する必要がある。また、異常値や欠測値が出た場合には、出た経緯を十分に検討し、記録に残して以後の再発防止に役立てることが重要である。

**フラグの書式**

**999：欠測（原因不明を含む）**
**899：測定不可**
**783：試料液不足**
**782：希釈後測定**
**781：検出下限未満**
**701：測定精度不良（定量下限未満）**
**699：機器不調**
**599：試料汚染**
**478：イオンバランス R1 が基準値を超えた**
**477：ＥＣの計算値と測定値の比較 R2 が基準値を超えた**

## ９．結果の報告

試料採取担当機関及び分析担当機関は、以下の情報やデータを記録し、整理・保管しておく。

### ９．１　報告内容

#### １）調査地点に関する情報

（報告様式Ⅰ－１，２，３，７，８およびⅡ－１，３）

次に示す情報を得ることが望ましい。

① 湖沼の集水域に関する情報
② 湖沼の特性に関する情報
③ 湖底の堆積物に関する情報
④ 湖沼の生物に関する情報

#### ２）試料採取に関する事項

（報告様式Ⅱ－２，３）

現地の測定記録（湖沼名、採取地点、採水者氏名、採水時刻、気温、水温、外観、透明度、天候）並びに、もし現地で採取装置及び器具を使用したならばそれらについての情報（メーカー名、型式、製造年月日）を書式によって報告する。

#### ３）分析操作に関する事項

（報告様式Ⅰ－4，5）

① 分析項目及び頻度
② 分析装置の校正および操作方法
③ 測定値を得るまでの各種の数値

#### ４）精度管理に関する報告

（報告様式Ⅰ－６およびⅡ－４，５，６，７，８，９，１０）

試料採取担当機関及び分析担当機関は、以下の情報を記録し、データとともに保管しておく。

① ＳＯＰに規定されている操作記録
② 日常的点検、調整の記録（装置の校正など）
③ 標準物質等メーカー名およびトレーサビリティ。分析機器の測定条件の設定と結果
④ 検出下限値および定量下限値の測定結果

⑤　分析機器の感度変動
⑥　２試料測定および繰り返し測定
⑦　イオンバランスおよびＥＣの評価
⑧　測定データの評価（試料有効性）
⑨　監査結果

## ９．２　報告書式および様式

| |
|---|
| 測定結果は定められた書式，様式に従う。 |

（解説）

報告する各測定項目のデータの単位と桁数は下表のとおりである。

| 測定項目 | 単位 | 桁数 |
|---|---|---|
| ｐＨ | | 小数点以下２桁 |
| ＥＣ | mS/m | 小数点以下２桁 |
| アルカリ度 | meq/L | 小数点以下３桁 |
| 陽イオン，陰イオン | mg/L | 小数点以下２桁 |
| クロロフィル量（Chl-a） | μg/L | 小数点以下１桁 |
| ＤＯＣ | mg/L | 小数点以下１桁 |

報告書式は「Ⅲ　報告書式及び様式」参照。主な書式の記入例を以下に示す。

・現地調査表記入例
・[$Ca^{2+}$,$Na^{+}$,$Mg^{2+}$,$K^{+}$,T-Al]分析結果表記入例（原子吸光光度法）
　　JIS 方法による。
・[$NH_4^{+}$,$NO_3^{-}$,$NO_2^{-}$,$SO_4^{2-}$,$PO_4^{3-}$]分析結果表記入例（吸光光度法）
　　JIS 方法による。
・[DOC]分析結果表記入例（TOC 測定方法）
　　JIS 方法による。
・[$NH_4^{+}$,$Ca^{2+}$,$Na^{+}$,$Mg^{2+}$,$K^{+}$,$NO_3^{-}$,$NO_2^{-}$,$SO_4^{2-}$,$Cl^{-}$,$PO_4^{3-}$]分析結果表記入例（イオンクロマトグラフ法）
・[クロロフィル]分析結果表記入例

様式Ⅱ－３

現地調査表記入例

# 現 地 調 査 表

測定機関名: ○○○○研究所
○○湖

天候　前々日　○○
前日　○○

| 調査地点 | | | 表層等 | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 採水者氏名 | | | ○○○○ | | | | | |
| 水位観測所名 | | | ○○○○ | | | | | |
| 番号 | 項目 | 単位 ＼ 月日 | ・ | ・ | ・ | ・ | ・ | ・ |
| A1 | 調査開始時刻 | 時　分 | 開始時刻を記入 | | | | | |
| | 調査完了時刻 | 時　分 | 完了時刻を記入 | | | | | |
| A2 | 採水位置 | | 湖心･流心かを記入 | | | | | |
| A3 | 天候 | | 採水時の天候を記入 | | | | | |
| A4 | 採水時刻 | 時　分 | 採水開始時刻を記入 | | | | | |
| A5 | 水位 | m　cm | cmまで記入 | | | | | |
| A6 | 流量 | $m^3$/sec | 採水地点近くの観測所の結果を記入 | | | | | |
| A7 | 全水深 | m　cm | cmまで記入 | | | | | |
| A8 | 採水水深 | m　cm | cmまで記入 | | | | | |
| A9 | 気温 | ℃ | 少数点以下1位まで記入(例えば20.5℃など) | | | | | |
| A10 | 水温 | ℃ | 少数点以下1位まで記入(例えば20.5℃など) | | | | | |
| A11 | 外観 | | 表5．1を参照 | | | | | |
| A12 | 透明度 | m　cm | cmまで記入 | | | | | |
| A13 | pH | | 調査地点の測定結果を記入 | | | | | |
| A14 | 電気伝導率 | mS/m | 調査地点の測定結果を記入 | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| 備　考 | | | 採水地点の状況が普段と変わっていた時などは、その様子を記入しておく。(水質, 流水, 地形などに異常があれば、その状況を記入) | | | | | |

様式Ⅱ－７

分析結果記入例

# 分 析 結 果 表

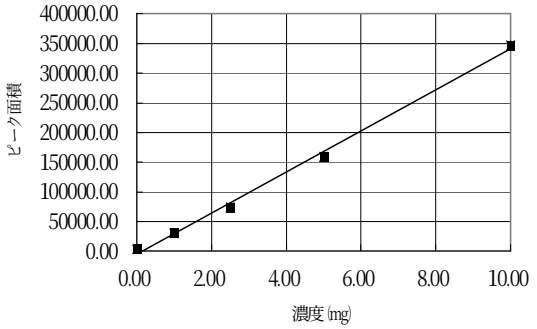
提出日　　平成 ○年 ○月 ○日

ｻﾝﾌﾟﾙの性状 ：　水質
検体数 ：　2検体

件名　：○○
分析項目　：塩化物ｲｵﾝ （ Cl－ ）
分析方法　：イオンクロマトグラフ法
分析条件
測定装置　：IC-7000
カラム名　：ICS-A23
サプレッサ　：HPS-SAI
溶離液　：3.0mmol $Na_2CO_3$
溶離液流量：0.8mL/min

検量線

| 塩化物ｲｵﾝ（ $Cl^-$ ） | |
|---|---|
| 標準液濃度 (mg/L) | ピーク面積 |
| 0.00 | 2627 |
| 1.00 | 29697 |
| 2.50 | 73576 |
| 5.00 | 159059 |
| 10.00 | 346237 |
| | |




計算式　：　Cl-(mg/L)＝検液の濃度(mg/L)×P

| サンプル名 | 塩化物ｲｵﾝ ($Cl^-$) | | | |
|---|---|---|---|---|
| | 希釈倍率 P | ピーク面積 | 検液の濃度 (mg/L) | 報告値 (mg/L) |
| 1回目 | 1 | 16836 | 0.497 | 0.49 |
| 2回目 | 1 | 16836 | 0.497 | 0.49 |
| 3回目 | 1 | 107929 | 3.192 | 3.19 |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |
| | | | | |

様式Ⅱ－８

分析結果記入例

# 分 析 結 果 表

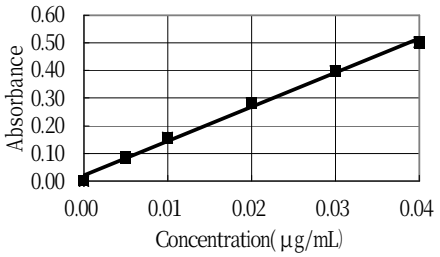
提出日: 平成 ○年 ○月 ○日
分析日: 平成 ○年 ○月 ○日
着手日: 平成 ○年 ○月 ○日

調査件名 : ○○
分析項目 : Al
分析方法 : JIS K102 54.3
Condition : Instruments=Hitachi Z-8200
Analytical Method=Electric-thermal Atomic Absorption Spectorophotometry
Wave Length=396.2nm
Slit Width=1.3nm

種類 水質
総検体数: 10検体

標準液 :

| 濃度X (μg/mL) | 吸光度y (Ax) | 吸光度Y (Ax-Ao) |
|---|---|---|
| 0.000 | 0.0155 | 0.0000 |
| 0.005 | 0.1003 | 0.0848 |
| 0.010 | 0.1745 | 0.1590 |
| 0.020 | 0.2988 | 0.2833 |
| 0.030 | 0.4150 | 0.3995 |
| 0.040 | 0.5160 | 0.5005 |




関係式 : X=f(Y)＝0．０７５９Y(最小二乗法による)
計算式 : 濃度(μg/mL)=f(A-blank)×希釈倍率×(溶液量/検水量)

| 試料番号 | 検水量 (mL) | 溶液量 (mL) | 希釈倍率 | 吸光度A | blank | A-blank | 濃度 (μg/mL) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1回目 | 50 | 100 | 5 | 0.2933 | 0.0604 | 0.2329 | 0.176 |
| 2回目 | 50 | 100 | 5 | 0.2933 | 0.0604 | 0.2329 | 0.176 |
| 3回目 | 50 | 100 | 5 | 0.2933 | 0.0604 | 0.2329 | 0.176 |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |

様式Ⅱ－９

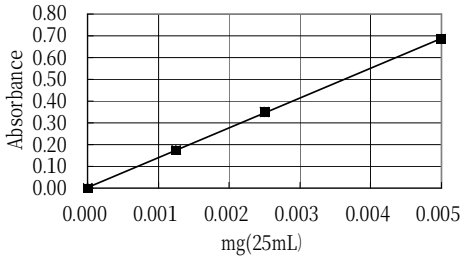
分析結果記入例

# 分 析 結 果 表

提出日: 平成 ○年 ○月 ○日
分析日: 平成 ○年 ○月 ○日

件名 : ○○
分析項目 : $PO_4^{3-}$
分析方法 : JISK102 46.1.1
吸光光度条件
分析波長 : 880nm
発色時の液量 : 25+2mL
発色時間 : 15min
温度 : 25℃

総検体数: 18検体




| 標準液 mg(25mL) | 吸光度y (-logT) | 0.05mg当たりの吸光度 |
|---|---|---|
| 0 | 0.000 | |
| 0.00125 | 0.174 | 0.696 |
| 0.0025 | 0.349 | 0.698 |
| 0.005 | 0.686 | 0.686 |
| 0.05mg当たりの平均吸光度Ast | | 0.693 |

計算式 :

| 試料番号 | 検水量 V mL | 検水の吸光度 A | blank (AO) | A-AO | 濃度 (mg/L) |
|---|---|---|---|---|---|
| 1回目 | 10 | 10 | 0.015 | 0.304 | 0.219 |
| 2回目 | 10 | 10 | 0.015 | 0.360 | 0.259 |
| 3回目 | 25 | 25 | 0.015 | 0.026 | 0.007 |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |
| | | | | | |

## 様式Ⅱ－１０

## 分析結果記入例

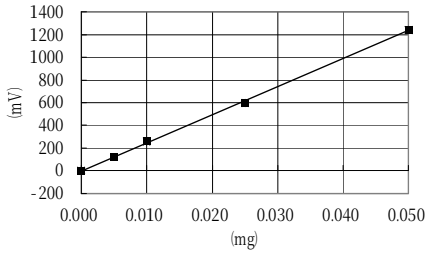
### 分 析 結 果 表

提出日: **平成 ○年 ○月 ○日**

件名 : ○○
分析項目 : TOC（燃焼酸化－赤外線式）
分析方法 : JIS K10222

試料種類 **水質**
総検体数 **1検体**

前処理日 **1月22日**
測定日 ① **1月23日** ④
② **1月29日** ⑤
③




| 標準液 mg | ① | ② | ③ | ④ | ⑤ |
|---|---|---|---|---|---|
| 0 | 0.0 | | | | |
| 0.005 | 119.5 | | | | |
| 0.010 | 256.2 | | | | |
| 0.025 | 596.6 | | | | |
| 0.050 | 1242.0 | | | | |
| 0.100 | | | | | |
| 1mg当たりの平均mV | | | | | |

TOC(mg/L)＝1×((検水の平均mV)/1mgあたりの平均mV)×(1000/V)×P

| 試料番号 | 希釈倍率 P | 検水量 V(mL) | 測定日 | mV | | 平均mV | 定量値 (mg/L) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1回目 | 1 | 5 | ① | 573.7 | 579.0 | 576.3 | 4.6 |
| 2回目 | 1 | 5 | ① | 573.7 | 579.0 | 576.3 | 4.6 |
| 3回目 | 1 | 5 | ① | 573.7 | 579.0 | 576.3 | 4.6 |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |
| | | | | | | | |

備考 試料→(希釈)→分取(5mL以下)→分解→TOC測定

## 様式Ⅱ－5

## クロロフィル分析結果記入例

| 発注番号 | | | | 台帳番号 | | | | | | 件名 | | | | | | 測定日 | | | 提出日 | | | 単位：μg/L |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| No. | 試料量 | 抽出量 | ｾﾙ長 | 真の吸光度 | | | | | | | | | SCOR/Unesco法 | | | | Lorenzen法 | | | Jeffrey&Humphreyの式 | | | |
| | (L) | (mL) | cm | e665 | e664 | e663 | e647 | e645 | e630 | E510 | E480 | e665a | Chl.a | Chl.b | Chl.c | ｶﾛﾁﾉｲﾄﾞ | Chl.a | Phaeo | Total | Chl.a | Chl.b | Chl.c | ｶﾛﾁﾉｲﾄﾞ |
| 1 | 5 | 10 | 1 | 0.315 | 0.295 | 0.310 | 0.305 | 0.295 | 0.185 | 0.008 | 0.250 | 0.201 | 6.0 | 8.6 | 7.9 | 5.0 | 6.1 | 1.4 | 7.5 | 6.0 | 8.6 | 3.5 | 3.7 |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

単位　SCOR/Unesco法

μg/L　$Chl.a = \frac{(11.64e663 - 2.16e645 + 0.10e630) \times v}{V \times セル長}$

$Chl.b = \frac{(-3.94e663 - 20.97e645 - 3.66e630) \times v}{V \times セル長}$

$Chl.c = \frac{(-5.53e663 - 14.81e645 + 54.22e630) \times v}{V \times セル長}$

$植物カロチノイド = \frac{10.0E480 \times v}{V \times セル長}$

（珪藻他）

Lorenzen法

$Chl.a = \frac{26.7 \times (e665 - e665a) \times v}{V \times セル長}$

$Phaeo = \frac{26.7 \times (1.7e665a - e665) \times v}{V \times セル長}$

Jeffrey&Humphreyの式

$Chl.a = \frac{(11.85e664 - 1.54e647 - 0.08e630) \times v}{V \times セル長}$

$Chl.b = \frac{(-5.43e664 - 21.03e647 - 2.66e630) \times v}{V \times セル長}$

$Chl.c = \frac{(-1.67e664 - 7.60e647 + 24.52e630) \times v}{V \times セル長}$

$植物カロチノイド = \frac{7.6 \times (E480 - 1.49E510) \times v}{V \times セル長}$

v ： 抽出に用いたアセトン溶液の総量

V ： 試水量

## １０．ＱＡ／ＱＣ活動の実施

ＱＡ（精度保証）／ＱＣ（精度管理）活動を遂行するため、分析担当機関においては、ＳＯＰの作成をはじめとする、諸活動を的確に実施する必要がある。ＱＡ／ＱＣの目的と定義については、資料２に示す。

### １０．１　試料採取，分析に関する責任者の明確化

試料採取担当機関及び分析担当機関では、試料の採取及び分析に関する責任者及び担当者を選任する。試料採取は訓練された担当者が行うものとする。試料採取毎の担当者氏名は現地記録表に記載するものとする。

### １０．２　標準作業手順書（ＳＯＰ）の作成

ＳＯＰはモニタリングシステムの全過程、すなわち、現地から実験室及びデータ管理において使用される作業手順である。ＳＯＰは担当者が変わることによるデータ精度の変動を避けるために用いられ、また、個々の担当者が自己の義務を理解して業務にあたっていることを保証するものである。試料採取担当機関及び分析担当機関（研究室）は、本手引書に基づき、各機関の実情に合ったＳＯＰを作成するよう努力することとする。ＳＯＰの作成にあたっては、具体的で分かりやすいこと、最新の状況に即し適宜見直しを行うこと及び関係者に周知徹底することが重要である。資料３に陸水モニタリングに関するＳＯＰに盛り込むべき事項を示している。

### １０．３　データ管理における精度保証

データ管理における精度保証の目的は次の３点にある。

１）すべての試料が正しくデータベース化されることを保証する。

２）正確さと代表性に疑問のある濃度データにフラッグをたてる。

３）標準的でない測定方法による試料を特定しコメントする。

データの管理におけるＱＡ／ＱＣは、分析担当機関、及び酸性雨研究センターのそれぞれで行う必要がある。

### １０．４　酸性雨研究センターのＱＡ／ＱＣ活動

１）測定が期待通りの精密さと正確さで実施され、報告されていることを確認するとともに、全ての測定活動が正確に文書として記録され保管されていることを確認する。

２）試料採取・分析担当機関における測定の正確さ、精密さを改善すると思われる変更や管理を勧告する。
３）試料採取・分析担当機関がＳＯＰを作成するために役立つ資料を提供する。

### １０．４．１　分析精度管理調査の実施

湖沼、河川、湧水については低濃度で存在する物質を分析することも多いことから、分析方法や試料水量、また測定に使用する機器等により、定量値や定量限界値に違いが生じることがある。

そのため、各分析機関の化学分析についてクロスチェックを行い、精密さと正確さの評価と有効性の確認を行うことを目的として、分析の精度管理調査を実施する。

分析精度管理調査方法は以下のとおりである。

模擬陸水（人工陸水）試料を、毎年、該当する分析機関へ送付して、各分析機関で分析を行い、分析結果を酸性雨研究センターへ報告する。酸性雨研究センターは、報告のあった分析結果を解析し、報告書を作成する。（この結果は、分析機関に存在する問題点の検討と解決法の発見、さらに分析精度の向上のために利用する。）

### １０．４．２　監査の実施

酸性雨研究センターは、原則として年１回、陸水モニタリングの調査地点，試料採取状況，実験室の監査を行う。

また、この監査では、試料の取扱いとデータ報告に関する点検などの他、現地訓練，情報交換も行われる。監査結果は、環境省に報告するものとする。

#### １）調査地点の監査

調査地点をとりまく環境に著しい変化が生じる場合は、それに伴う影響によって、対象湖沼の酸性降下物による長期的な変化を評価することが困難となってくる。

その点を評価するために、測定地点について新年度の調査開始前に、速やかに以下の調査を行う。

① 集水域の植生に著しい変化がないこと。
② 対象湖沼または集水域のダム建設等による水理構造の著しい変化がないこと。

③　集水域で森林伐採又は大規模な土地開発等による土地利用形態の変化がないこと。
④　集水域近傍の工場誘致、火力発電所立地等による酸性降下物量の著しい変化がないこと。
⑤　その他集水域における状況変化がないこと。
⑥　前年度、前々年度の酸性降下量
以上の監査項目については、湖沼管理者または地元自治体等からも、データを収集する。

**2）試料採取の監査**

採取した試料水が、その湖沼を代表する試料として問題がないか評価を行う。具体的には、すべての採取手順が守られていること、現場に大きな物理的変化が生じていないことを確認する。

監査担当者は、現場担当者による業務の実施状況を観察し、試料採取に関する手順、データの記録についての詳細な情報を収集する。

**3）実験室の監査**

原則として年１回、分析担当機関の実験室監査を行う。実験室監査は試料の取扱い、使用機器の性能、ＳＯＰの作成状況、ＱＡ／ＱＣ活動及びこれらの記録に関する点検及び助言を行うものとする。

調査地点監査様式表記入例

**様式Ⅱ－１１**

調査地点監査様式表

| 監査年月日 | | | |
|---|---|---|---|
| 監査機関 | | | |
| 監査項目 | 監査方法 | チェック欄 | 備考 |
| 集水域の植生の変化 | **河川を管理する事務所、または関連市町村からデータを収集。** | **変化なし** | |
| ダムの建設の変化 | 〃 | 〃 | |
| 大規模な宅地開発の有無 | 〃 | **なし** | |
| 工場誘致･発電所立地の有無 | 〃 | 〃 | |
| 水理状況（年間流入流出量）の変化の有無 | 〃 | 〃 | |
| 大規模な森林伐採の有無 | 〃 | 〃 | |
| 昨年度の報告降雨量 | 〃 | | |
| 本年度の降雨量 | 〃 | | |


引用文献

・工場排水試験方法（ JIS K 0102 ）　（1993）：日本規格協会

・上水試験方法　（1993）：日本水道協会

・採水の手引き　：建設省関東地方建設局

・東アジア酸性雨モニタリングネットワーク技術マニュアル　：環境庁

・河川水質試験方法　（1997）：建設省建設技術協議会技術管理部会水質連絡会

・湖沼環境調査指針　（1984）：（社）日本水質汚濁研究協会編